

KUMUSH(I)NI EKSTRAKSION AJRATILGANIDAN KEYIN DEAMGO ERITMASI BILAN BEVOSITA EKSTRAKTTA AMPEROMETRIK TITRLASH



Safarova Guljaxon Eshtemirovna

Qarshi muhandislik-iqtisodiyot instituti k.f.f.d.(PhD)

E-mail: g.safarova1976@mail.ru

Annotatsiya. Ushbu tadqiqotdan maqsad tabiiy ob'ektlar va sanoat materiallari tarkibidagi kumush(I) ioni miqdorini dietilamino-4-metilgeksin-2-ol-4 (DEAMGO) eritmasi bilan suvsiz va aralash muhitlarda amperometrik titrlash uslublarini ishlab chiqishdan iborat. Tadqiqot davomida aniqlangan xususiyatlar va fon elektrolitlar, inert erituvchilar, kislotalar va boshqa omillarning tabiati va konsentratsiyasini kumush(I)ni DEAMGO eritmasi bilan amperometrik titrlash natijalariga, egri chiziq shakliga ta'siri, juda ko'p miqdordagi begona metall ionlari va halaqit beradigan kompleksionatlar ishtirokida ham ularni aniqlash imkoniyati borligiga asos bo'ldi.

Kalit so'zlar: amperometrik titrlash, ekstrakt, ekstraktsiya, kompleks, eritma, analiz, oksidlovchi, temperatura, namunaviy aralashmalar, reagent.

АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ СЕРЕБРА(I) В ПРЯМОМ ЭКСТРАКЦИИ РАСТВОРОМ ДЕАМГО ПОСЛЕ ЭКСТРАКЦИИ

Сафарова Гулжахон Эштемировна

Каршинский инженерно-экономический институт, к.ф.ф.д (PhD)

Электронная почта:

g.safarova1976@mail.ru

Аннотация. Разработка методов амперометрического титрования ионов серебра(I) в природных объектах и промышленных материалах раствором диэтиламино-4-метилгексин-2-ол-4 (ДЭАМГО) в безводном и смешанная техника. Установленные в процессе проведения исследования особенности и выявленные существенные различия в характере влияния природы и концентрации фоновых электролитов, инертных растворителей, кислот и других факторов на условия, форму кривых и результаты амперометрического титрования серебра(I) раствором ДЭАМГО дали основание предположить о возможности их определения в присутствии большого избытка посторонних ионов металлов и мешающих комплексантов.

Ключевые слова: амперометрическое титрование, экстракт, экстракция, комплекс, раствор, анализ, окислитель, температура, модельных смесей, реagent.

AMPEROMETRIC TITRATION OF SILVER(I) DIRECT EXTRACTION WITH DEAMGO SOLUTION AFTER EXTRACTION

Safarova Guljakhon

Karshi Engineering-Economics Institute, (PhD)

E-mail: g.safarova1976@mail.ru

Abstract. *The purpose of the study is to develop methods for amperometric titration of silver(I) ions in natural objects and industrial materials with an anhydrous solution of diethylamino-4-methylhexin-2-ol-4 (DEAMGO) and mixed techniques. The features established during the study and the significant differences identified in the nature of the influence of the nature and concentration of background electrolytes, inert solvents, acids and other factors on the conditions, shape of the curves and results of amperometric titration of silver(I) with DEAMGO solution gave reason to assume the possibility of their determination in the presence a large excess of foreign metal ions and interfering complexants.*

Keywords: *amperometric titration, extract, extraction, complex, solution, analysis, oxidizing agent, temperature, model mixtures, reagent.*

Kirish. Mamlakatimizda rangli va nodir metallar ionlarini aniqlashning elektrokimyoviy usullarini yaratishga qaratilgan ilmiy-tadqiqot ishlari olib borilmoqda. Shu munosabat bilan tabiiy va texnogen ob'ektlar, sanoat korxonalarida oqava suvlari tarkibidagi rangli va nodir metallar ionlarini aniqlashda qo'llaniladigan kompleks hosil qiluvchi organik reagentlar sintezi, suvsiz va aralash suvlarda sintezlangan organik reagentlarning kislota-ishqor xossalarini aniqlash. rangli va nodir metallarning murakkab birikmalaridan foydalangan holda ommaviy axborot vositalari. Metall ionlarining eng kichik miqdorini aniqlash va nazorat qilishning elektrokimyoviy usullarini ishlab chiqishga alohida e'tibor beriladi. Kimyo sanoati uchun yangi turdagi materiallar ishlab chiqarish, jumladan, ichki bozorni import o'rnini bosuvchi kimyoviy reagentlar bilan ta'minlash bo'yicha amalga oshirilgan keng ko'lamlı chora-tadbirlar kompleksida ham muayyan natijalarga erishildi.

Adabiyotlar tahlili va metodlar.

Mualliflar taklif qilgan usullar o'rganilayotgan metalni organik ob'ektlarda, suvda yomon eriydigan ekstraktlarda va materiallarda aniqlash uchun qo'llanilishi mumkin. [1; 2.] ishda kumush(I) va palladiy(II)ni zargarlik buyumlarida avvaldan oltinni ajratmasdan differensirlangan aniqlashning amperometrik usuli ishlab chiqilgan. Aniqlashlarni bajarish uchun qotishmaning namunasi (0,1g) 100 ml hajmli konik kolbaga solingan va 20 ml yangi tayyorlangan (3:1) HCl va HNO₃ (zar suvi) kislotalarning aralashmasida qizdirib turgan holda eritilgan. Namuna to'liq erib ketganidan keyin, kolbadagi aralashma nam tuz holatigacha bug'latilgan. Fon elektrolit (2 ml) va dimetilsulfoksid (DMSO) (18 ml) qo'shilgan va ikkita indikatorli elektrod bilan 8-merkaptoksinolin standart eritmasi bilan amperometrik titrlash bajarilgan.

Ixtiro analitik kimyo sohasiga tegishli. Ixtiroga muvofiq, shishasimon uglerod elektrodida hosil bo'lgan kompleks birikmadan 4,5 ml 1M KNO₃ va 0,5 ml 0,1M natriy

doi: <https://doi.org/10.5281/zenodo.10417748>

etilendiamintetraasetat (EDTA) ni o'z ichiga olgan fon eritmasidan kumushni katodli voltamperometriya usulida aniqlash usuli taklif qilingan [3; 4.]. Shu bilan birga, indikator elektrodga dastlabki elektroliz potentsiali (+0,5 V) qo'llanilgan, bunda maksimal oqimning maksimal qiymati qayd etilgan va 10 s dan 20 s gacha bo'lgan to'planish vaqtida elektrokonsentrasiyalangan elektrodda maksimal oqim +0,04 V dan +0,07 V gacha bo'lgan potentsialda va 100 mV/s yig'ilish potentsialida qayd etilgan. Ixtiro aniqlangan tarkibning pastki chegarasini 2-3 darajali kattalik bilan 2,8 10⁻⁸M (Sr=0,20) ga kamaytirish imkonini bergan va analitik signalni o'lchash bir bosqichda sodir bo'lganligi sababli, kumush konsentratsiyasini aniqlash jarayoni tezlashishi o'rganilgan.

Qotishmadagi kumushning faolligini uning 253,15 K-423,15 K harorat oralig'idagi konsentratsiyasiga va atmosfera bosimiga qarab aniqlash uchun elektrokimyoviy element ishlab chiqilgan. Elektrolit sifatida glitserinning tuz eritmasi ishlatilgan. O'lchovlar bir vaqtning o'zida o'rganilayotgan qattiq eritmaning barcha tarkibi uchun bir xil sharoitda hujayradagi 12 xil namunada amalga oshirilishi mumkinligi o'rganilgan. Bu namunadan namunaga almashtiriladigan titan elektrod yordamida ta'minlanishi ko'rsatilgan. Bunday holda, taqqoslash elektrodi keng tarqalgan va harakatsiz bo'lib, eksperimental natijalarning aniqligi va ishonchligini sezilarli darajada oshirgan, chunki bu har qanday namunada doimiy haroratda EMFni takroriy o'lchash imkonini bergan. Olingan natijalar Ag(I) faolligini va Ag-Au qotishmasining termodinamik xususiyatlarini 253,15 K-423,15 K harorat oralig'ida muhokama qilingan [5].

Natijalar. Kumush(I)ni ekstraksiya ajratilganidan keyin dietilditiokarbaminat yoki ditizonat ko'rinishida amperometrik titrlashning yangi varianti taklif qilindi: ekstraktga suvsiz sirka kislotasi, oz miqdorda suvsiz kuchli oksidlovchi eritmasi (xromli angidrid, kaliy permanganat, vodorod peroksidi) qo'shiladi va olingan aralashma qaynashga yetguncha qizdiriladi, bunda kompleks va ekstraksiya reagent to'liq parchalanadi. Tahlil qilinadigan eritma sovuganidan keyin unga fon elektrolit qo'shiladi (kaliy asetat yoki litiy perxlorat) va suvsiz sirka kislotada DEAMGO eritmasi bilan titrlanadi.

Tahlillarni olib borishning bosh bosqichi ekstraksiya qilingan kompleksning kuchli oksidlovchi bilan parchalanish jarayonidir. Quyidagi talablarga javob beradigan oksidlovchi tanlash joiz: u tez va to'laligicha ekstraksiyalangan kompleksni parchalashi, na oksidlovchining o'zi, na uni qaytarilish maxsulotlari ekstraksiyalangan reagent, titrlanadigan kation bilan ta'sirlanmasligi va elektrodli jarayonlarda ishtirok etmasligi kerak. Kumush(I)ni dietilditiokarbaminatli, ditizonatli komplekslarini DEAMGO eritmasi bilan sirka kislotada titrlashda titrlashning quyidagi maqbul sharoitlari tavsiya qilindi: xloroform yoki uglerod to'rt xloridi bilan uch marta ekstraksiya qilingan, dietilditiokarbaminat yoki ditizonat ko'rinishidagi ekstraktning alikvot qismi titrlash uchun stakanga solinadi, ustiga 3 ml sirka kislotasi va kerakli hajmdagi 0,5M xromli angidridi yoki kaliy permanganat eritmalari qo'shiladi, bunda oksidlovchining umumiy miqdori 5 marta-gacha bo'lgan stexiometrikdan ko'p bo'lmasligi kerak.

Olingan eritma qaynashga yetguncha sekin qaynatiladi, ekstraktning dastlabki

doi: <https://doi.org/10.5281/zenodo.10417748>

rangi tezda yo‘qoladi. Tahlil qilinadigan eritma xona haroratigacha sovutilganidan keyin unga 2 ml 0,25M kaliy asetat (litiy perxlorat) sirka kislotadagi eritmasi quyiladi va 0,001–0,004 M DEAMGOning eritmasi

bilan 0,80Vda titrlanadi.

Titrlash egrisining to‘g‘ri chiziqli qismlarini kesishish nuqtasigacha ekstra-polyatsiya qilish yo‘li bilan grafik usulda ekvivalent no‘qta topiladi. [6; 7] manbalarda

1-jadval

Model aralashmalarda (ekstraksiyon reagentlar – ditizon, natriy dietilditiokarbaminat, fonlar – ishqoriy metallarni xloridlari, nitratlari, asetatlar va perxloratlar) kumush(I)ni gibrid ekstraksiyon amperometrik aniqlash natijalari

Tahlil qilinadigan aralashmada metallarning miqdori, %	Topildi Ag(I), % (P=0,95; $\bar{x} \pm \Delta X$)	n	S	Sr
Ag(0,254)+Al(80,75)+Co(18,99)	0,247±0,018	6	0,018	0,073
Ag(0,467)+Ni(20,12)+Pb(30,46)+Fe(34,48)+Cd(14,47)	0,459±0,026	5	0,021	0,045
Ag(0,493)+Co(30,56)+Zn(27,94)+Bi(1,36)+Cu(2,72)+Al(36,95)	0,486±0,036	4	0,023	0,047
Ag(0,635)+Ca(21,83)+Ir(0,81)+Mg(31,14)+Ni(45,58)	0,648±0,042	5	0,034	0,052
Ag(0,953)+Au(0,76)+Cd(54,62)+Fe(25,47)+Mn(18,20)	0,914±0,035	5	0,028	0,031
Ag(1,430)+Pb(60,94)+Co(31,57)+ Bi(2,01)+Ni(4,05)	1,471±0,043	5	0,035	0,024
Ag(1,906)+Zn(48,35)+Cd(29,41)+Ir(1,86)+Bi(18,47)	1,938±0,065	4	0,041	0,021
Ag(2,859)+Ni(60,41)+Pt(1,96)+Al(25,18)+Mn(9,59)	2,810±0,054	5	0,044	0,016
Ag(3,812)+Cd(52,84)+Fe(28,36)+In(4,07)+Sr(10,92)	3,867±0,088	5	0,071	0,018
Ag(5,718)+Sc(25,46)+Ni(39,73)+Co(18,61)+Sn(10,48)	5,683±0,081	5	0,065	0,011
Ag(8,577)+Fe(64,37)+Co(12,05)+Sn(8,55)+Pb(6,45)	8,514±0,192	4	0,121	0,014

2-jadval

Palladiy(II), kumush(I) va simob(II)ni model aralashmalarda DEAMGO eritmasi bilan gibridli ekstraksiyon amperometrik aniqlash natijalari

Aralashmadagi metallarni tabiati va miqdori, %	Topildi Me, % (P=0,95; $\bar{x} \pm \Delta X$)	n	S	Sr
Ag(0,205)+ Bi(99,79)	0,207±0,032	4	0,02	0,097
Ag(0,410)+Bi(68,22)+In(31,37)	0,415±0,074	3	0,03	0,072
Ag(0,820)+Ir(21,34)+Pt(1,616)+Cd(76,22)	0,829±0,064	4	0,04	0,048
Ag(1,025)+Pt(3,232)+ Bi(49,73)+ +Sn(19,34)+In(26,67)	1,036±0,062	5	0,05	0,048

doi: <https://doi.org/10.5281/zenodo.10417748>

keltirilgan usullar asosida kumushning ekstraksiyasi o'tkazildi. Ekstraksiyani o'tkazishda tanlab olinadigan suvli eritmaning alikvotasi va tahlil qilinadigan materialning namunasi shunday hisoblanadiki, butun bir ekstraktda 2–1000 mkg titrlanadigan material bo'ladi. 0,2–2,0% kumushdan tashqari turli miqdordagi temir, aluminiy, rux, kadmiy, nikel, qo'rg'oshin va boshqa metallar ionlarining turli miqdorlarini tutgan model aralashmalar tahlil qilindi, ularning

voronkaga yig'iladi. Kislota bilan yuvilgan ekstraktlar 25 ml sig'imli kolbaga solinadi va belgisigacha xloroform va uglerod to'rt xloridi bilan yetkaziladi. Kumushni titrlash uchun stakanchalarga 5ml shu ekstraktdan solinadi va konsentratsiyasi DEAMGO eritmasi bilan aniqlanadi.

Muhokama. Kumush(I) individual holatlarida titrlash sharoitlarini maqbullash bo'yicha olib borilgan tadqiqotlar asosida, ularni binar, uchlamchi va murakkab

3-jadval

Texnik suvlar tarkibidagi kumush(I) ionini DEAMGO reagenti yordamida raqobatbardoshligini aniqlash

№	Aniqlash parametrlari	Ishlab chiqilgan amperometrik usul	DavST usuli (spektrofotometrik usul)
	Namuna	Sanoat chiqindi suvi	Sanoat chiqindi suvi
1.	Ekstragent	Xloroform	CCl ₄
2.	Organik reagent	DEAMGO	ditizon
3.	Muhit (fon)	8,9	6,4
4.	Quyida aniqlash chegarasi, mkg/ml	0,009	0,055
5.	Ekspressligi, min	15	25-30
6.	$\bar{X} \pm \Delta X$	1,98±0,065	2,12±0,112
7.	S	0,171	0,390
8.	Sr	0,086	0,184

natijalari 1 va 2- jadvallarda keltirilgan. Kumush tutgan va ajratgich voronkaga solingan tahlil qilinadigan namunaga 5 ml 20%li uch almashgan ammoniy sitrat, 15ml 10%li EDTA eritmasi solinadi va pH 8,5 gacha ammiak eritmasi bilan yetkaziladi. Olingan aralashma hajmi suv bilan 70 mlga yetkaziladi, ustiga 5ml 0,2% natriy dietilditiokarbaminat (ditizon) eritmasi solinadi va ikki marta xloroform va uglerod to'rt xloridi bilan 10 ml porsiyalar bilan ekstraksiya qilinadi, ekstraktlar 25ml 0,5M sulfat kislota tutgan boshqa ajratgich

aralashmalarda titrlash selektivligini maqbul baholarini olish uchun turli sanoat materiallari va tabiiy ob'ektlardagi bu ionni DEAMGO eritmasi bilan amperometrik titrlash usullari ishlab chiqildi. Ishlab chiqilgan usullar asosida noorganik materiallar tahlilining asosiy vazifasi usulning metrologik tavsiflarini yaxshilash va birinchi navbatda uning to'g'riligini, selektivligini va qayta tiklanuvchanligini yaxshilashdir.

Kumush(I) suvli muhitlarda amperometrik titrlashda yuqoridagi vazifalarni bajarish tahlil usullarini murakkablashuvi, u

doi: <https://doi.org/10.5281/zenodo.10417748>

ko'p miqdordagi qo'shimcha ajratish va konsentrlash operatsiyalarni kiritilishi bilan bog'liq, bu usulning tanlovchanligi, sezgirligi, aniqligi kabi imkoniyatlarini cheklaydi va tahlillarni bajarish muddatlarini anchaga uzaytiradi. Suvsiz va aralash muhitlarda (ayniqsa ekstraktlarda) titrlash metallarning aniqlanadigan miqdorlarini quyi chegarasini pasaytirish, usulning selektivligi muammolarini osonlik bilan hal etishga yordam beradi, bu esa aniqlash natijalarini aniqligini oshirishga yordam beradi.

Kumush(I)ni suvsiz va aralash muhitlarda DEAMGO eritmasi bilan amperometrik titrlashning yuqorida ko'rsatilgan afzalliklari maxsus qotishmalar, rudalar va metallurgiya sohasining ba'zi bir boshqa materiallarini tahlilida amalda qo'llanildi.

Xulosa. Kumush(I)ni DEAMGO eritmasi bilan murakkab sun'iy aralashmalardan gibridd ekstraksiya amperometrik usul bilan aniqlash natijalaridan ko'rinib turibdiki (1

va 2-jadval), ishlab chiqilgan usullar yuqori selektivligi, sezgirligi, qayta tiklanuvchanligi va to'g'riligi bilan farq qiladi.

Shunday qilib, kumush(I) ionini DEAMGO eritmasi bilan suvsiz va aralash muhitlarda amperometrik titrlash usuli bu metallarni tarkibiga ko'ra murakkab bo'lgan metallurgiya sanoati mahsulotlari, standart ob'ektlari, zargarlik buyumlari, elektron texnika va organik ob'ektlarda yetarlicha tez va aniq topish imkonini bergan. Suvsiz va aralash eritmalarda kumush(II) ion miqdorlarining 0,001–25 % diapazonida amperometrik titrlash usuli yuqoridagi metallarni noorganik va organik materiallarda aniqlashning istiqbolli usullaridan biridir. Suvsiz va aralash muhitlarda amperometrik titrlash usuli alangali atom absorpsiya spektrometriya (3-jadval), fotometriya, polyarografiya usullari bilan raqobatlashishi mumkin.

FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR RO'YXATI

1. Супрунович В.И., Шевченко Ю.М., Ткачева Л.М., Гуцало О.П. Дифференцированное определение серебра и палладия в сплавах без отделения золота методом амперометрического титрования. // Журн. аналит. химии. 1984. Т.39. №7. с.272 – 1220.
2. Козицина А.Н., Иванова А.В., Глазырина Ю.А., Герасимова Е.Л., Свалова Т.С., Малышева Н.Н., Охохонин А.В., Электрохимические методы анализа. // Учебное пособие. 2017. Екатеринбург. с.128.
3. Е.А.Лейтес. Способ определения серебра катодной вольтамперометрией // Международная патентная классификация. Тип: патент на изобретение Номер патента: RU 2580635 С1 Патентное ведомство: Россия 2016.
4. Горячева В.Н., Березина С.Л., Медных Ж.Н., Смирнов А.Д. // Электрохимические методы анализа. // методические указания. Москва 2019. С. 52
5. Корепанов Я.И., Жданов Н.Н., Осадчий Е.Г. Методика и техника определения активности серебра в Ag-Au сплавах // Труды всероссийского ежегодного семинара по экспериментальной минералогии, петрологии и геохимии.

doi: <https://doi.org/10.5281/zenodo.10417748>

Москва, 2016. с. 200-201.

6. Малик А.К., Рао Л.Д. Спектрофотометрическое определение кобальта, никеля, палладия, меди, рутения и молибдена после экстракции их изоамилксантогенатов расплавленным нафталином. // Журн. аналит. химии 2000. Т.55. №9. с.830-833.
7. Торгов В.Г, Костин Г.А., Ус т.в. Корда Т.М., Драпайло А.Б. Экстракция палладия и серебра тиокаликс аренами и их ациклическим аналогом из карбонатных и аммиачно-карбонатных растворов // Журнал Неорганической Химии. Т.60. №3. 2015 с.423.