Journal of Chemistry of Goods and Traditional Medicine

J Chem Good Trad Med, Volume 1, Issue 5, 2022 Chemistry of Goods

УДК:543.4:543.70:546:74

ATROF MUHIT OBYEKTLARIDA NIKEL IONINI SORBSION-FOTOMETRIK USULDA ANIQLASH

СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ НИКЕЛЯ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

SORPTION-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF NICKEL IONS IN ENVIRONMENTAL OBJECTS

Lola Mehriddinovna Xalilova, *O‘zbekiston Milliy universiteti*
Analitik kimyo kafedrasi doktoranti
Zulayho Asanaliyevna Smanova, *O‘zbekiston Milliy universiteti*
Kimyo fanlari doktori, professor, Analitik kimyo kafedrasi mudiri
Ulug'bek G'ulomovich Axmadjonov, *Toshkent kimyo-texnologiya instituti*
assistent
Tarane Ibragim kizi Alieva, *Boku davlat universiteti*
Ekologik kimyo kafedrasi o‘qituvchisi, kimyo fanlari nomzodi

DOI: https://doi.org/10.55475/jcgtm/vol1.iss5.2022.104

Annotatsiya. *Maqolada nikel ionlarini yangi azoreagent 2-(5-metilpiridilazo-2`-gidroksi-5`-metoksibenzol yordamida sorbsion-fotometrik aniqlash usuli keltiilgan. Optimal sharoit aniqlangan: bufer aralashmaning tabiati va konsentratsiyasining ta`siri, 2-(5-metilpiridilazo-2`-gidroksi-5`-metoksibenzol bilan nikelni aniqlashda xalaqit beruvchi ionlar aniqlangan.Taklif etilayotgan usul metrologik baholangan bo`lib, aniqlangan nikel tarkibining quyi chegarasi 0,014 nisbiy standart cheklanish bilan topildi va nikel ionlarini aniqlash uchun sorbsion-fotometrik usul taklif etilgan.Ushbu tahlil usuli texnologik suvlar, po`latlar, bronzalardagi nikel ionlarini aniqlashda qo`llanildi va xalaqit beruvchi ionlarning ta`siri o`rganildi.*

Аннотация. *В статье представлена методика сорбционно-фотометрического определения ионов никеля с использованием нового азореагента 2-(5-метилпиридилазо-2¢гидрокси-5¢метоксибензола. Найдены оптимальные условия: влияние природы и концентрации буферных смесей, исследовано мешающее влияние посторонних ионов на определение никеля с 2-(5-метилпиридилазо-2¢гидрокси-5¢метоксибензолом. Предложенная методика оценена метрологически, найдены нижняя граница определяемого содержания никеля при относительном стандартном отклонении 0.014. Предложен сорбционно-фотометрический метод определения ионов никеля. Метод анализа применен к определению ионов никеля в технологических водах, сталях, бронзе и было изучено влияние сопутствующих ионов на точность его обнаружения.*

Annotation. *The article presents a method of sorption-photometric determination of nickel ions using a new azoreagent 2-(5-methylpyridylazo-2¢hydroxy-5¢methoxybenzene. Optimal conditions were found: the influence of the nature and concentration of buffer mixtures, the interfering effect of foreign ions on the determination of nickel with 2-(5-methylpyridylazo-2¢hydroxy-5¢methoxybenzene was investigated. The proposed method is evaluated metrologically, the lower limit of the determined nickel content is found with a relative standard deviation of 0.014. A sorption-photometric method for determining nickel ions is proposed. The analysis method was applied to the determination of nickel ions in process waters, steels, and bronze and the effect of accompanying ions on the accuracy of its detection was studied.*

***Kalit so`zlar:*** *sorbsion-fotometrik usul, 2-(5-metilpiridilazo-2`-gidroksi-5`-metoksibenzol, spektrofotometrik tahlil, aniqlash quyi chegarasi, nikel ionlari, sorbsiya*

Ключевые слова: *сорбционно-фотометрическое определение, 2-(5-метилпиридилазо-2¢гидрокси-5¢метоксибензол, спектрофотометрический анализ, предел обнаружения, ионы кобальта.*

Keywords*: sorption-photometric determination, 2-(5-methylpyridylazo-2'-hydroxy-5'-methoxybenzene, spectrophotometric analysis, detection limit, cobalt ions.*

Nikel o`zining d- electron pog`onasi to`lmaganligi tufayli odatda kompleks hosil qilish xususiyatiga ega, shuning uchun u ko'plab organik reagentlar bilan intensiv rangli birikmalar hosil qiladi. Nikel ioni bilan reaksiyaga kirishib, rangli mahsulotlarni hosil qiluvchi ko'plab organik birikmalar ma'lum [1]. Ammo ma'lum bo'lgan barcha nikel reaktivlari analitik xususiyatlarda juda qoniqarli reaktsiyalar bermaydi. Nikelni fotometrik aniqlash uchun eng yaxshi reagentlar dioksimlar va ularning turli hosilalari hisoblanadi. [2]. Dioksimlardan foydalangan holda nikelni aniqlash usullari juda yuqori selektivlik bilan ajralib turadi [3]. Tarkibida oltingurgur saqlovchi organic reagentlar nikel bilan yanada sezgir reaksiyalarni namoyon qiladi. [4]. Ular juda yuqori sezgirlik va past selektivlik bilan ajralib turadi.

So'nggi paytlarda nikelni spektrofotometrik aniqlash uchun piridin, tiazol va anabazin azo birikmalari keng qo'llanilmoqda, ular yuqori sezuvchanlikka , ammo kam selektivlikka ega [5].

Ushbu ishda nikelni 2-(5-metilpiridilazo-2) yangi azo birikmasi bilan sorbsion fotometrik aniqlash natijalari keltirilgan [R].

EKSPERIMENTAL QISM

Qurilma va reaktivlar.

Bufer aralashmalarining eritmalari tegishli tuzlar va kimyoviy toza kislotalardan tayyorlangan. [6, 7]. Tajriba uchun bidistillangan suv ishlatilgan. Heal Force CR-RO30 distilyatori ishlatilgan. Turli xil tuzlarning tarkibini kimyoviy tahlil qilish amalga oshirilmadi. Bidistillangan suvning o'ziga xos elektr o'tkazuvchanligi 0,475 MSM/m.

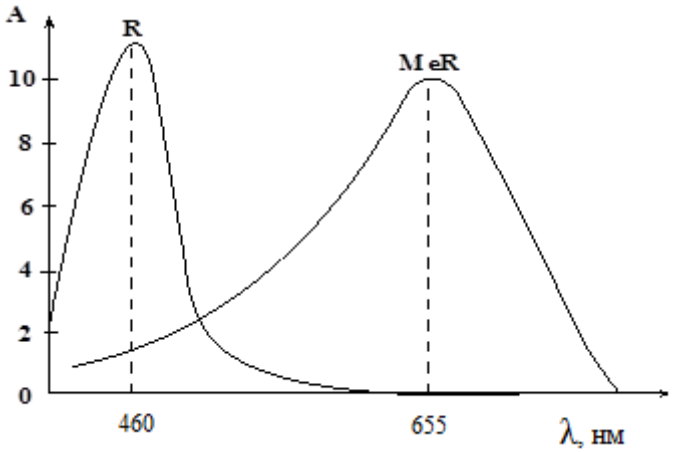
Kerakli pH qiymati pH/MV/TEMP Meter P25 EcoMet (Koreya) va eV-74 universal ionomerida o'lchandi.

Optik zichlikni o'lchash KFK-3 fotoelektr kolorimetrida amalga oshirildi va yorug'lik yutish spektrlari SF-46 spektrofotometrida suratga olindi.

Kerakli pH qiymati asetat-ammiak bufer eritmalari bilan hosil qilingan, pH i-130 ionomeri bilan o'lchangan va pH metr pH/mV/TEMP Meter P25 Eco Met Koreyada ishlab chiqarilgan. Yutilish spektrlari quyidagicha o'lchandi EMC-30PC-UV Spectrophotometer va aks ettirish spektrlari kolorimetrda "X-Rite Eye One Pro", (Shvetsariya), spektrning ko'rinadigan sohasining aks ettirish spektrlari olindi. Reaktivlar, tashuvchilar va immobilizatsiya qilingan organik reagentlarning infraqizil spektrlari (IQ) spektrometrda qayd etilgan "Avatar sustem 360 FT-IR"(AQSh).

Ishda 0,05% spirtning suvdagi eritmasi ishlatilgan. R, elektrolitik jihatdan toza metalldan tayyorlangan 10,0 yoki 20,0 mkg/ml titrli nikel eritmasi va turli xil pH li bufer eritmalar ishlatilgan. Xloroform haydash yo'li bilan oldindan tozalangan va keyin potash bilan quritilgan.

Reagent sintezi R diazotlangan etanolli muhitdagi metoksifenol bilan 5-CH_3-2-aminopiridin kombinatsiyasi bilan amalga oshirildi. Quruq holdagi reagent kukunsimon to'q qizil rangda bo`lib, etil, metil spirtlarida, aseton, benzol, toluol, xloroformlarda yaxshi eriydi. Etil atsetatda esa yomon eriydi. Dietil efiri va suvda esa mos ravishda eriydi. Bu reagent spirtdagi eritmasi qizil-zarg`aldoq rangda bo`lib, maksimal nur yutilish to`lqini l =460 nm da kuzatiladi. Reagent R d- va f-elementlarning ko'plab ionlari bilan o'zaro ta'sir qiladi, xloroformda osongina ajratib olinadigan yorqin yashil kompleks birikmalar hosil qiladi, bu esa uni fotometrik tahlilda qo'llash imkoniyatini ishonchli tarzda ko'rsatadi.



1-rasm:. Reagentning yutilish spektrlari, 2-(5-metilpiridilazo-2¢gidroksi-5¢ metoksibenzol va uning nikel bilan kompleksi.

Umumiy tadqiqot metodologiyasi.

Immobilizatsiya texnikasi. Olingan tashuvchilar (0,1-0,2 g) 50 ml 0,1 M HCl, keyin 10 ml atseton bilan yuviladi, so'ngra ular 4-10 daqiqa davomida konsentratsiyasi 1,0 10^{-5} - 1,0 10^{-3} M bo'lgan 10 ml organik reagent eritmasi solingan stakanlarga solinadi, so'ngra 50 ml distillangan suv bilan yuviladi va Petri idishlarida nam holda saqlanadi.

Tashuvchilar sifatida 0,1-0,2 mg og'irlikdagi poliakrilonitril tolalaridan turli xil polimer materiallar ishlatilgan. Tolalarning yaroqliligi material rangining o'zgarishi va PPD-1 sorbentidagi immobilizatsiyalangan reagentning analitik aks ettirish signalining qiymati bilan aniqlandi; tayanchdagi reaktivning tarkibi aks ettirishni o'zgartirish orqali spektrofotometrik tarzda aniqlandi. va tashuvchilardagi reagentning tarkibi immobilizatsiya qilingandan keyin reagent eritmalarining aks ettirish va yorug'lik yutilish spektrlarini o'zgartirish orqali spektrofotometrik tarzda aniqlandi. [8-12].

Tahlil usuli: Nikel eritmasining ma'lum bir hajmi, bufer eritmasi va 15 ml gacha distillangan suv tiqinlar bilan mustahkamlangan gradiurlangan probirkaga solindi, ma'lum vaqt davomida aralashtirildi. Eritma immobilizatsiya qilingan reagent orqali o'tkazildi va tashuvchining o'tishdan oldin va keyin eritmaning optik zichligi o'lchandi. Olingan birikma va reaktiv eritmalarining yorug'lik yutish egri chiziqlari R, optimal sharoitlarda olingan, hosil bo'lgan birikmaning yorug'lik yutish egri chizig'i maksimal to'lqin uzunligi 655 nm ekanligini ko'rsatadi. Reaktiv spektrning qisqa to'lqinli qismida 460 nm da bitta maksimalga ega (1-rasm).

Immobilizatsiya qilingan R reaktiv bilan nikelni sorbsiyalashning maqbul sharoitlarini aniqlashda quyidagi turli omillar o'rganildi: muhitning kislotaligi; organik reagentning optimal hajmi; o'zaro ta'sirning davomiyligi; reagentning ortiqcha bo'lishi; nikel kompleksining reagent bilan Ber qonuniga bo`ysunishi. O'rganilayotgan kompleksni ekstraktsiya va sorbsion-fotometrik aniqlashning maqbul sharoitlarini aniqlash bo'yicha olingan eksperimental ma'lumotlar 1-jadvalda keltirilgan.

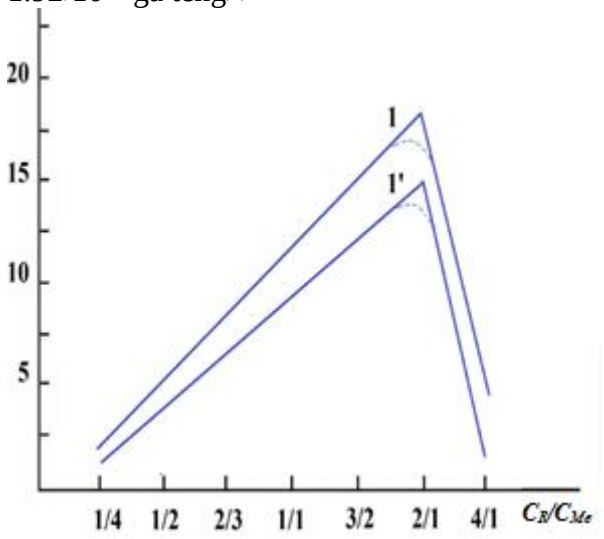
Jadval 1.

Reaktiv bilan nikelning spektral xususiyatlari R ekstraktsiya va sorbsiya usullari

Opt. pH	l ,нм		Dl ,нм	e×10^4		De×10^4	Hajm, мл		Vaqt мин.	Daraja,%	Ber qonuniga bo`ysunishi
	MeR	HR		MeR	HR		Suv..	Org.			
5.0	655	460	195	3.60	0.58	3,02	15.0	5.0	2.00	93.2	12.5мкг/ 15мл

5.0	655	460	195	6.40	0.58	5,92	15.0	5.0	5.00	95.6	12.5мкг/ 15мл

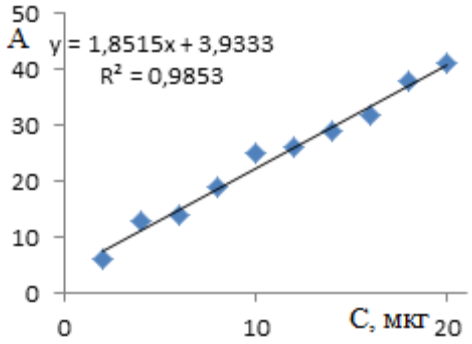
Nikel ionlarining R reaktiv bilan o'zaro ta'sirida molyar munosabatlarni o'rnatishda to'g'ri chiziqli Asmus usuli va to'yinganlik usuli ishlatilgan. Natijalar shuni ko'rsatadiki, o'rganilayotgan konsentratsiyalarda nikel ionlari R reagent bilan o'zaro 1: 2 nisbatda ta'sir qiladi (1-rasm). Astaxovning grafik usuli bilan kompleks hosil bo'lish reaktsiyasi paytida reaktivning almashtirilgan vodorod ionlari sonini aniqlash bo'yicha olingan ma'lumotlar ikkitadir. Bu ikki valentli nikel ionining ikkita R reagent molekulasi bilan reaksiyaga kirishishini tasdiqlaydi. Molyar munosabatlarga ko'ra, R reagentning elektron tuzilishi va ajratilgan protonlar soniga ko'ra, koordinatsion ion nikel deb taxmin qilish mumkin(II). Shu bilan birga, reagent molekulasidan bitta proton ajralib chiqadi va asosan azotlashtiruvchi kislorod guruhining kislorodi, azo guruhining azoti va piridil radikalining azoti tufayli xelat aylanishi hosil bo'ladi (-N=N-). Nikel kompleksining R reaktiv bilan molyar so'nish koeffitsientlari, elektron spektr va Yatsemirskiy usuli bo'yicha hisoblab chiqilgan qiymatlariga tengligi aniqlandi. (jadval.1). R Yatsemirskiy usuli bo'yicha barqarorlik konstantasi nikel kompleksining R reagent bilan to'yinganlik egri chizig'idan hisoblangan . Bu qiymat 1.92×10^{10} ga teng×



2-rasm R reagent bilan nikel komplekslaridagi komponentlarning nisbatini o'rnatish - (1,1')

Nikelni aniqlash uchun kalibrlash jadvali quyidagicha tuzilgan: O`lchov probirkasiga o'zgaruvchan miqdordagi (2,00 dan 15,00 mkg gacha) nikel , 5,0 ml asetat-xlorid bufer eritmasi va distillangan suv 15,0 ml gacha o'lchandi.aralashtiriladi va 5 ml xloroform bilan 2 daqiqa davomida ekstraksiya qilinadi. Barcha eritma ajratuvchi voronkaga quyildi va organik faza quruq stakanga quyildi, suvsiz Na_2SO_4 da quritildi. Optik zichlik yorug'lik filtra N8 bilan KFK-3 da l = 0,5 sm kyuvetada, taqqoslash eritmasiga nisbatan o'lchandi ,. Natijalar asosida kalibrlash grafigi tuzildi, uning matematik statistikasini hisoblash tenglamaning erkin a'zosining noldan og'ishi tasodifiy ekanligini va chiziq kelib chiqishi orqali o'tishini ko'rsatdi Q_{Me}=18.58 A. a-optik zichlik, Q_{Me}- mikrogramda topilgan nikel miqdori (1-rasm).

R reaktivi bilan nikelni aniqlashning sorbsion-fotometrik usulining to'g'riligi va takrorlanishini baholash uchun uch nusxada optimal sharoitlarda elementning turli miqdori aniqlandi.. Tajriba natijalari shuni ko'rsatdiki, nisbiy standart og'ish (Sr) 2,00-15,00 mkg ni aniqlashda nikel 0,053 dan oshmaydi.



3-rasm. R reaktivi bilan nikel ionlarini aniqlash uchun kalibrlash egri chizig'i

Turli xil begona ionlarning reaktiv bilan nikelning sorbsion-fotometrik ta'rifiga ta'siri R, shunga o'xshash usul bilan o'rganilgan, faqat azo bo'yoq eritmasi kiritilishidan oldin begona ionlar soni qo'shilgan. Eksperimental ma'lumotlar selektivlik omili sifatida berilgan ($F=\frac{C_{Me}}{C_{Ni}}$) ruxsat etilgan maksimal massa ortiqcha. Nisbiy aniqlash xatosi $\pm 5{,}0\,\%$.

Nikelning miqdorini aniqlashda In^{3+}, Ga^{3+}, Bi^{3+}, Fe^{3+} va EDTA xalaqit beradi. Ammo nikel kompleksi hosil bo'lgandan so'ng, EDTA har qanday nisbatdagi miqdorida xalaqit bermaydi. Bu ekstraktni EDTA eritmasi bilan yuvish orqali xalaqit beruvchi ionlarni olib tashlashga imkon beradi. Ekstraksion-fotometrik usulda ko'plab metall ionlari aniqlashda xalaqit beradi. Al^{3+}-1000, Mn^{2+}-300, Sr^{3+}-1000, Sr^{2+}-1000, Cd^{2+}-5000, Hg^{2+}-1000, Cu^{2+}-50, V^{5+}-1000, Zn^{2+}-50, Fe^{2+}-30, F-500, H_2O_2-100, tiomochevina-100, CNS-1000, $P_2O_7^{4-}$-1000, $C_4H_4O_6^{2-}$-100, NH_4OH va HCl-1000, $HC_6H_5O_7^{2-}$-1000, $C_6H_7O_6$-1000, SO_3^{2-}-800, $C_2O_4^{2-}$-1000, $H_2PO_4^{-}$-1000, CH_3COO^{-}-1000, MoO_4^{2-}-400. Tavsiya etilgan sorbsiya usulida ko'plab kationlar nikel ionlarini aniqlashga xalaqit bermaydi, chunki jarayonlar qattiq tashuvchi yuzasida va sterik joylashuvi, shuningdek molekulyar skeletning qattiqligi tufayli sodir bo'ladi.

Shunday qilib, R reagent bilan nikelni sorbsion-fotometrik aniqlashning tavsiya etilgan usuli, tarkibida nikelni o'z ichiga olgan turli xil real ob'ektlarni tahlil qilish uchun qo'llanilishi mumkin.

Aniqlashga xalaqit bermaydigan miqdorda nikel bilan bir qatorda yuqoridagi begona ionlarni o'z ichiga olgan bir nechta texnologik aralashmalar tahlil qilindi (2-jadval). Jadvaldan ko'rinib turibdiki, nikel ko'plab elementlarning mavjudligida aniqlanishi mumkin.

Jadval 2.

Texnologik aralashmalarda nikelni aniqlash (n=5, P=0,95)

Olingan nikel, ml	$\bar{A}$	Nikel topildi, mkg	$Sr\cdot10^{-2}$
Aralashma 1			
5,00	0,280	5,20	7,31
10,00	0,530	9,85	7,31
15,00	0,750	13,94	7,31
Aralashma 2			
5,00	0,275	5,11	5,9
10,00	0,535	9,94	2,9
15,00	0,760	14,12	1,9
Aralashma 3			
5,00	0,268	4,98	1,62
10,00	0,532	9,88	2,30
15,00	0,760	14,12	1,90

Nikelni aniqlashning ishlab chiqilgan usuli po'lat va bronzani tahlil qilishda qo'llaniladi.

2-(5-metilpiridilazo-2 gidroksi-5-metoksibenzol) reagent bilan immobillangan nikelni aniqlash. Bronza yoki po'latning namunasi (0,1) isitish paytida konsentrlangan nitrat yoki 2 M xlorid kislotalarda eritiladi. Eritma minimal hajmgacha bug'lanadi va 100 ml kolbaga o'tkaziladi. 2 ml eritmaning alikvotini ajratgich voronkaga 0,5 ml 40% segnet tuzi eritmasi (po'latlarni tahlil qilishda 2 ml to'yingan eritma), 5,0 ml asetat-xlorid bufer eritmasi qo'shiladi va 20 ml gacha suyultiriladi. Olingan eritma reagent tomonidan immobilizatsiya qilingan sorbent orqali o'tkaziladi va 3-5 daqiqadan so'ng qolgan eritmaning optik zichligi aniqlanadi yoki immobilizatsiya qilingan reagent bilan nikel kompleksining aks ettirish spektri olinadi. (tanlangan to'lqin uzunligi bilan).

Po'lat va bronzada nikelni aniqlash natijalari 3-jadvalda keltirilgan.

Jadval 3.

Po'lat va bronzada nikelni aniqlash (n=10, P=0,95)

Standart namuna	Pasportdagi nikel tarkibi,%	Nikel topildi, %	Sr
M-142-2	3,3	3,6±0,04	0,014
M-138-2	0,2	0,2±0,04	0,018

Nikelni azoreagent 2-(5-metilpiridilazo)-2¢gidroksi-5¢ metoksibenzol bilan aniqlashning oddiy sorbsion-fotometrik usuli ishlab chiqilgan, bu yerda metall ioni pH 3.55 da qizil rangli kompleks hosil qiladi. Metall va reaktivning molyar nisbatlari hisoblab chiqilgan, (Me:HR=2:1), shuningdek, 1.92×10^{10} ga teng bo'lgan murakkab birikmaning barqarorlik konstantasi topildi× Nikelning sorbsion bo'limi kompleksning yuqori kuchi va usulning selektivligi bilan o'rganildi. Belgilangan tarkibning quyi chegarasi (C_h) 0,2 mkg / ml ni tashkil qiladi. Shunday qilib, aniqlash chegarasi $1,0 \cdot 10^{-9}$ % bo'lgan tavsiya etilgan usul, aniqlash chegarasi $2,4 – 10^{-6}$ % bo'lgan fotometriya usulidan [13-16] kam emas, lekin ikkinchisidan farqli o'laroq, kamroq. uskuna talab qilinadi va texnologik suvlar va qotishmalardagi nikel ionlarining tarkibini xalaqit beruvchi ionlarni oldindan ajratmasdan aniqlash imkonini beradi.

Xulosa qilish mumkinki, azoreagent 2-(5-metilpiridilazo)-2¢gidroksi-5¢ metoksibenzol bilan nikelni aniqlashning tavsiya etilgan sorbsion-fotometrik usuli ancha sezgir, tanlangan va natijalarning to'g'riligi bilan ajralib turadi (Sr=0,0416)

Никель обладает типичными комплексообразующими свойствами благодаря его незаполненному d-подуровню, поэтому образует интенсивно окрашенные соединения со многими органическими реагентами. Известно много органических соединений, реагирующих с ионом никеля с образованием окрашенных продуктов [1]. Но далеко не все известные реагенты на никель дают вполне удовлетворительные по аналитическим характеристикам реакции. Лучшими реагентами для фотометрического определения никеля являются диоксимы и их различные производные [2]. Методы определения никеля с помощью диоксимов характеризуются довольно высокой избирательностью [3]. Более чувствительные реакции с ионом никеля дают серосодержащие органические реагенты [4]. Для них характерна довольно высокая чувствительность и низкая избирательность.

В последнее время широкое применение для спектрофотометрического определения никеля находят пиридиновые, тиазоловые и анабазиновые азосоединения, обладающие высокой чувствительностью, но имеющие малую избирательность [5].

В настоящей работе приводятся результаты сорбционно фотометрического определения никеля новым азосоединением 2-(5-метилпиридилазо-2¢гидрокси-5¢ метоксибензолом [R].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Приборы и реактивы.

Растворы буферных смесей готовили из соответствующих солей и кислот квалификации х.ч. и ос.ч. [6, 7]. Для проведения эксперимента использовали бидистиллированную воду. Использован дистиллятор Heal Force CR-RO30. Химический анализ на содержание различных солей не делался. Удельная электропроводность бидистиллированной воды 0,475 мСм/м.

Необходимое значение pH измеряли pH-метром pH/mV/TEMP Meter P25 EcoMet (Корея) и на универсальном иономере ЭВ-74.

Измерение оптических плотностей проводили на фотоэлектроколориметре КФК-3, а спектры светопоглощения снимали на спектрофотометре СФ-46.

Необходимое значение pH создавали ацетатно-аммиачными буферными растворами, pH которых измеряли иономером И-130 и pH метром pH/ mV/ TEMP Meter P25 Eco Met Корейского производства. Спектры поглощения измеряли на EMC-30PC-UV Spectrophotometer, а спектры отражения - на колориметре «X-Rite Eye One Pro», (Швецария), снимающий спектры отражения в видимой области спектра. Инфракрасные спектры (ИК) реагентов, носителей и иммобилизованных ОР регистрировали на спектрометре «Avatar sustem 360 FT-IR» (США).

В работе использован 0,05%ный водно-спиртовый раствор R, раствор никеля с титром 10,0 или 20,0 мкг/мл, приготовленные из электролитически чистого металла и буферные растворы с различными pH. Хлороформ предварительно очищали перегонкой и затем сушили поташом.

Синтез реагента R проводили сочетанием диазотированного 5-CH_3-2-аминопиридина с метоксифенолом в абсолютно этаноловой среде. Реагент в сухом виде порошок темно-красного цвета, хорошо растворимый в этиловом, метиловом спиртах, ацетоне, бензоле, толуоле, хлороформе. Плохо растворим в этилацетате. Диэтиловом эфире и в воде соответственно. Спиртовые растворы реагента имеют красно-оранжевый цвет, максимальное светопоглощение наблюдается при l =460нм. Реагент R взаимодействует со многими ионами d- и f-элементов, образуя хорошо экстрагируемые в хлороформе комплексные соединения, окрашенные в ярко-зеленые цвета, что убедительно показывает о возможности использования его в фотометрическом анализе.

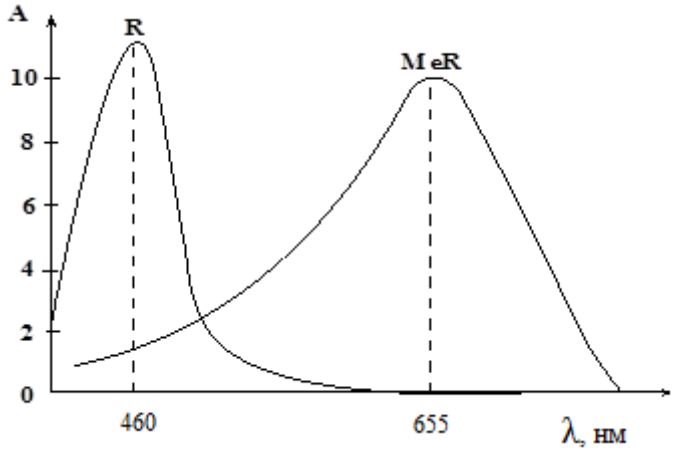


Рис.1. Спектры поглощения реагента 2-(5-метилпиридилазо-2¢гидрокси-5¢ метоксибензола и его комплекса с никелем.

Общая методика исследования.

Методика проведения иммобилизации. Полученные носители (0,1-0,2г) промывают 50 мл 0,1 М HCl, затем 10 мл ацетона, далее их погружают на 4-10 мин. в стаканы с 10 мл раствора органического реагента с концентрацией $1{,}0\cdot10^{-5}$ – $1{,}0\cdot10^{-3}$ М, затем промывают 50 мл дистиллированной водой и хранят во влажном состоянии в чашках Петри.

В качестве носителей применяли различные полимерные материалы из полиакрилонитрильного волокна массой 0,1-0,2 мг. Пригодность волокон определяли по изменению окраски материала и величины аналитического сигнала отражения иммобилизованного реагента на сорбенте ППД-1, содержание реагента на носителе устанавливали спектрофотометрически по изменению спектров отражения и светопоглощения растворов реагентов после иммобилизации [8-12].

Методика анализа: В градуированные пробирки с притертыми пробками вводили определенный объем раствора никеля, буферный раствор и дистиллированную воду до 15 мл., перемешивали в течении определенного промежутка времени. Раствор пропускали через иммобилизованный реагент и измеряли оптическую плотность раствора до и после пропускания через носитель. Кривые светопоглощения растворов образующегося соединения и реагента R, снятые в оптимальных условиях показывает, что кривая светопоглощения образующегося соединения имеет максимум при длине волны 655 нм. Реагент имеет один максимум в более коротковолновой части спектра при 460 нм (рис.1).

Для выяснения оптимальных условий сорбции никеля с иммобилизованным реагентом R изучены различные факторы: кислотность среды; оптимальный объем органического реагента; продолжительность взаимодействия; избыток реагента; подчинение комплекса никеля с реагентом R закону Бера. Полученные экспериментальные данные по установлению оптимальных условий экстракционно- и сорбционно-фотометрического определения изучаемого комплекса приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Спектральные характеристики никеля с реагентом R экстракционным и сорбционными методами

Оптим pH	l ,нм		Dl ,нм	e×10⁴		De×10⁴	Объем, мл		Время мин.	Степень, %	Подчинение закону Бера
	MeR	HR		MeR	HR		Водн.	Орган			
5.0	655	460	195	3.60	0.58	3,02	15.0	5.0	2.00	93.2	12.5мкг/ 15мл
5.0	655	460	195	6.40	0.58	5,92	15.0	5.0	5.00	95.6	12.5мкг/ 15мл

Для установления молярных отношений при взаимодействии ионов никеля с реагентом R использовали метод прямой линии Асмуса и метод насыщения. Полученные данные показывают, что в изучаемых концентрациях ионы никеля взаимодействуют с реагентом R в соотношении 1:2 (рис.2.). Полученные данные по определению числа замещенных ионов водорода реактива при реакции комплексообразования графическим методом Астахова равняется двум. Это подтверждает то, что ион двухвалентного никеля вступает в реакцию с двумя молекулами реагента R. По данным молярных отношений, электронного строения самого реагента R и по данным числа выделевшихся протонов можно предположить, что координирующим ионом является никель(II). При этом из молекулы реагента выделяется один протон и образуется преимущественно хелатный цикл за счет кислорода оксигруппы азосоставляющей, азота азогруппы (-N=N-) и азота пиридильного радикала. Молярные коэффициенты погашения комплекса никеля с реагентом R, рассчитанные по электронному спектру и по методу Яцемирского оказались равными (табл.1). Константу устойчивости рассчитывали по кривой насыщения комплекса никеля с реагентом R по методу Яцемирского. Оно равно 1.92×10^{10} .

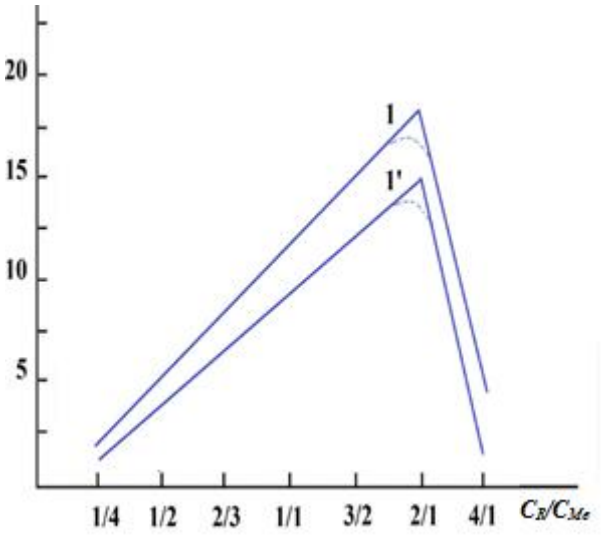


Рис. 2. Установление соотношения компонентов в комплексах никеля с реагентом R - (1,1')

Градуировочный график для определения никеля строили следующим образом: В мерные пробирки отмеряли переменное (от 2.00 до 15.00 мкг) количество никеля, 5,0 мл ацетатно-солянокислого буферного раствора и дистилированной воды до 15.0 мл. перемешивали и экстрагировали с 5.0 мл. хлороформа в течении 2-х минут. Весь раствор переливали в делительную воронку и сливали органическую фазу в сухой стакан, сушили безводным Na_2SO_4. Оптическую плотность измеряли на КФК-3 со светофильтром N8, в кювете l = 0,5 см, относительно раствора сравнения. По результатам строили градуировочный график, расчёт математической статистики которого показал, что отклонение свободного члена уравнения от нуля случайное и прямая проходит через начало координат Q_{Me}=18.58A. А-оптическая плотность, Q_{Me}-найденное количество никеля в мкг (рис.3).

Для оценки правильности и воспроизводимости сорбционно-фотометрического метода определения никеля реагентом R провели определение различных количеств элемента в оптимальных условиях в трёхкратной повторности. Результаты опыта показали, что относительное стандартное отклонение (Sr) при определении 2,00-15,00 мкг никеля не превышает 0,053.

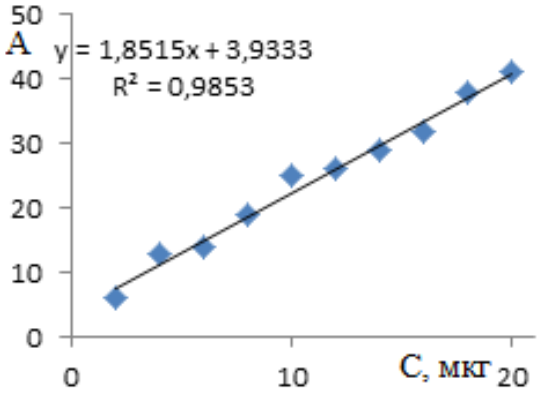


Рис.3. Градуировочный график определения ионов никеля реагентом R

Влияние различных посторонних ионов на сорбционно-фотометрическое определение никеля с реагентом R, изучали по аналогичной методике, за исключением того, что количество посторонних ионов добавляли до введения раствора азокрасителя.

Экспериментальные данные приведены в виде фактора избирательности ($F=\frac{C_{Me}}{C_{Ni}}$) – максимально допустимого массового избытка. Относительная ошибка определения $\pm 5{,}0$ %.

Определению никеля мешают In^{3+}, Ga^{3+}, Bi^{3+}, Fe^{3+} и ЭДТА. Но после образования комплекса никеля ЭДТА не мешает определению в любых соотношениях. Это даёт возможность удалить мешающие ионы промыванием экстракта раствором ЭДТА. В экстракционно-фотометрическом методе многие ионы металлов мешают определению. Al^{3+}-1000, Mn^{2+}-300, Cr^{3+}-1000, Sr^{2+}-1000, Cd^{2+}-5000, Hg^{2+}-1000, Cu^{2+}-50, V^{5+}-1000, Zn^{2+}-50, Fe^{2+} -30, F-500, H_2O_2-100, тиомочевина-100, CNS-1000, $P_2O_7^{4-}$-1000, $C_4H_4O_6^{2-}$-100, NH_4OH и HCl-1000, $HC_6H_5O_7^{2-}$ -1000, $C_6H_7O_6$-1000, SO_3^{2-}-800, $C_2O_4^{2-}$ -1000, $H_2PO_4^-$ -1000, CH_3COO^- -1000, MoO_4^{2-} -400. В предлагаемом сорбционном методе многие катионы не мешают определению ионов никеля, так как процессы происходят на поверхности твердого носителя и из-за стерического расположения, а также жесткости молекулярного скелета.

Таким образом, предложенный метод сорбционно-фотометрического определения никеля с реагентом R, может быть применён для анализа различных реальных объектов, содержащих никель.

Были проанализированы несколько технологических смесей, содержащих наряду с никелем перечисленные выше посторонние ионы в количествах не мешающих определению (Табл.2). Как видно из таблицы никель можно определять в присутствии многих элементов.

Таблица 2.

Определение никеля в технологических смесях (n=5, P=0,95)

Взято никеля, мл	$\overline{A}$	Найдено никеля, мкг	$Sr \cdot 10^{-2}$
Смесь 1			
5,00	0,280	5,20	7,31
10,00	0,530	9,85	7,31
15,00	0,750	13,94	7,31
Смесь 2			
5,00	0,275	5,11	5,9
10,00	0,535	9,94	2,9
15,00	0,760	14,12	1,9
Смесь 3			
5,00	0,268	4,98	1,62
10,00	0,532	9,88	2,30
15,00	0,760	14,12	1,90

Разработанная методика определения никеля применена к анализу сталей и бронзы.

Определение никеля иммобилизованным реагентом 2-(5-метилпиридилазо-2¢ гидрокси-5¢метоксибензолом. Навеску бронзы или стали (0,1) растворяют в конц. азотной или 2М соляной кислотах при нагревании. Раствор упаривают до минимального объема и переносят в колбу на 100мл. Отбирают аликвоту раствора 2 мл в делительную воронку добавляют туда 0,5 мл 40%-ного раствора сегнетовой соли (при анализе сталей 2 мл насыщенного раствора), 5,0 мл ацетатно-солянокислого буферного раствора и разбавляют до 20 мл. Полученный раствор пропускают через иммобилизованный реагентом сорбент и через 3-5 минут определяют оптическую плотность оставшегося раствора или снимают

спектр отражения комплекса никеля с иммобилизованным реагентом. (при выбранной длине волны).

Результаты определения никеля в сталях и бронзе приведены в табл.3.

Таблица 3.

Определение никеля в сталях и бронзе (n=10, P=0,95)

Стандартный образец	Содержание никеля по паспорту,%	Найдено никеля, %	Sr
М-142-2	3,3	3,6±0,04	0,014
М-138-2	0,2	0,2±0,04	0,018

Разработана простая сорбционно-фотометрическая методика определения никеля азореагентом 2-(5-метилпиридилазо)-2¢гидрокси-5¢метоксибензолом, где ион металла образует красный комплекс при pH 3.55. Рассчитаны мольные соотношения металла и реагента, (Me:HR=2:1), а также найдена константа устойчивости комплексного соединения, $K_{равн}$, равная 1.92×10^{10}. Исследовано сорбционное отделение никеля с высокой прочностью комплекса и избирательностью метода. Нижняя граница определяемых содержаний ($C_н$) составляет 0.2 мкг/мл. Таким образом, предлагаемый метод с пределом обнаружения $1,0 \cdot 10^{-9}$ мас. % не уступает методу фотометрии [13-16] с пределом обнаружения 2,4 - 10^{-6} мас.%, но в отличии от последнего, требуется меньшее аппаратное оформление и позволяет определять содержание ионов никеля в технологических водах и сплавах без предварительного разделения мешающих ионов.

Можно сделать вывод, что предлагаемый сорбционно-фотометрический метод определения никеля с азореагентом 2-(5-метилпиридилазо)-2¢гидрокси-5¢ метоксибензолом является чувствительным, избирательным и отличается правильностью результатов (Sr=0,0416).

Nickel has typical complexing properties due to its unfilled d-sublevel, so it forms intensely colored compounds with many organic reagents. Many organic compounds are known to react with nickel ion to form colored products [1]. However, not all known nickel reagents give quite satisfactory analytical characteristics of the reaction. The best reagents for photometric determination of nickel are dioximes and their various derivatives [2]. Methods for the determination of nickel using dioximes are characterized by rather high selectivity [3]. More sensitive reactions with nickel ion are produced by sulfur-containing organic reagents [4]. They are characterized by a rather high sensitivity and low selectivity.

Recently, pyridine, thiazole, and anabazine azo compounds with high sensitivity but low selectivity have been widely used for spectrophotometric determination of nickel [5].

This paper presents the results of sorption photometric determination of nickel by a new azo compound 2-(5-methylpyridylazo-2¢ hydroxy-5¢ methoxybenzene [R].

THE EXPERIMENTAL PART

Devices and reagents.

Solutions of buffer mixtures were prepared from the corresponding salts and acids of the chemical-chemical and organic-chemical qualification [6, 7]. Bidistilled water was used for the experiment. A Heal Force CR-RO30 distiller was used. Chemical analysis for the content of various salts was not performed. The specific electrical conductivity of bidistilled water is 0.475 mSm/m.

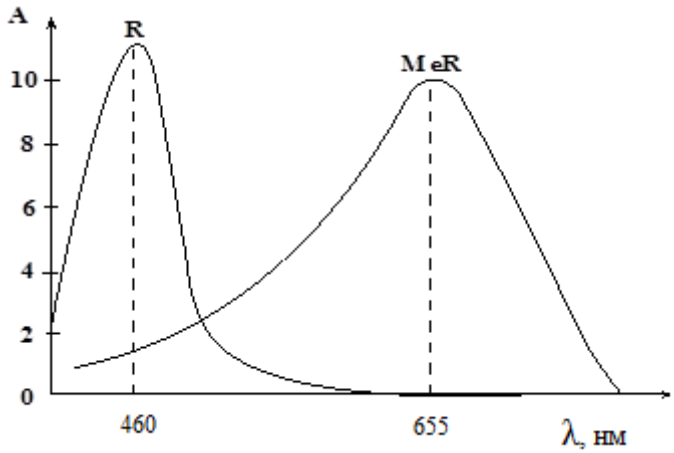
The required pH value was measured with a pH /mV meter/TEMR Meter P25 EcoMet (Korea) and on the universal ionomer EV-74.

Optical densities were measured on a KFK-3 photoelectrocolorimeter, and light absorption spectra were recorded on a SF-46 spectrophotometer.

The required pH value was created with acetate-ammonia buffer solutions, the pH of which was measured with an I-130 ionomer and pH метром a Korean-made pH/ mV/ TEMP Meter P25 Eco Met. The absorption spectra were measured on an EMC-30PC-UV Spectrophotometer, and the reflection spectra were measured onan X-Rite Eye One Pro colorimeter», (Switzerland), which captures the reflection spectra in the visible region of the spectrum. Infrared (IR) spectra of reagents, carriers, and immobilized ORS were recorded onan Avatar sustem 360 FT-IR spectrometer(USA).

We used 0.05% water-alcohol solution R, a nickel solution with a titer of 10.0 or 20.0 micrograms / ml, prepared from an electrolytically pure metal, and buffer solutions with different pHvalues. The chloroform was pre-purified by distillation and then dried with potash.

Reagent R was synthesized by combining diazotized 5-CH_3-2-aminopyridine with methoxyphenol in a completely ethanol medium. Reagent in dry form is a dark red powder, well soluble in ethyl, methyl alcohols, acetone, benzene, toluene, and chloroform. Poorly soluble in ethyl acetate. Diethyl ether and water, respectively. Alcohol solutions of the reagent have a red-orange color, the maximum light absorption is observed at l =460nm. Reagent R interacts with many ions of d- and f-elements, forming complex compounds that are well extracted in chloroform, colored in bright green colors, which convincingly shows the possibility of using it in photometric analysis.



Pic. 1. Absorption spectra of the reagent 2-(5-methylpyridylazo-2¢ hydroxy-5¢ methoxybenzene and its complex with nickel.

General research methodology.

Method of immobilization. The resulting carriers (0.1-0.2 g) are washed with 50 ml of 0.1 M HCl, then 10 ml of acetone, then they are immersed for 4-10 minutes in glasses with 10 ml of an organic reagent solution with a concentration of $1{,}0\cdot10^{-5}$ – $1{,}0\cdot10^{-3}$ M, then washed with 50 ml of distilled water and stored wet in Petri dishes.

Various polymer materials made of polyacrylonitrile fiber weighing 0.1-0.2 mg were used as carriers. The suitability of the fibers was determined by changes in the color of the material and the value of the analytical reflection signal of the immobilized reagent on the PPD-1 sorbent, and the reagent content on the support was determined spectrophotometrically by changes in the reflection and light absorption spectra of reagent solutions after immobilization [8-12].

Method of analysis: A certain volume of nickel solution, buffer solution and distilled water up to 15 ml were introduced into graduated tubes with lapped stoppers, mixed for a certain period of time. The solution was passed through the immobilized reagent and the optical density of the solution was measured before and after passing through the carrier. Light absorption curves of solutions of the resulting compound and reagent R, taken under optimal conditions, show that the

light absorption curve of the resulting compound has a maximum at a wavelength of 655 nm. The reagent has one maximum in the shorter wavelength part of the spectrum at 460 nm (Fig.

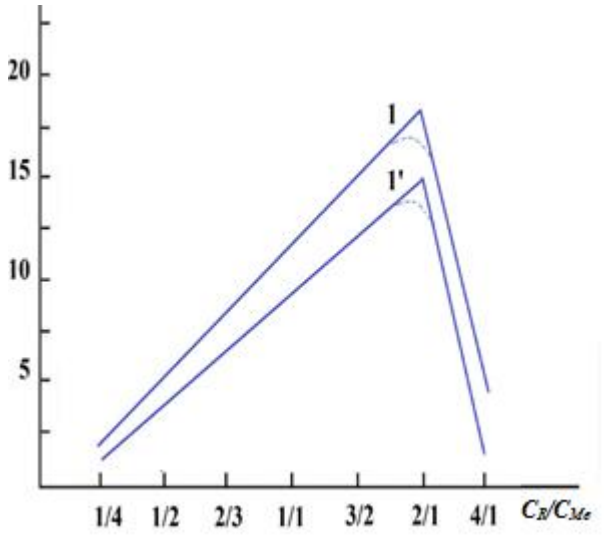
To determine the optimal conditions for sorption of nickel with immobilized reagent R, various factors were studied: the acidity of the medium; the optimal volume of organic reagent; the duration of interaction; the excess of reagent; and the subordination of the nickel complex with reagent R to Behr's law. The obtained experimental data on the establishment of optimal conditions for extraction and sorption photometric determination of the studied complex are shown in Table 1.

Table 1.

Spectral characteristics of nickel with reagent R by extraction and sorption methods

Optimal pH	l , nm		D, nm	De10^4		Dex10^4	Volume, ml		Time min.	Degree,%	Compliance with Behr
	MeR	HR		MeR	HR		HR Water.	Body			
5.0	655	460	195	3.60	0.58	3,02	15.0	5.0	2.00	93.2	12.5 mcg/ 15ml
5.0	655	460	195	6.40	0.58	5,92	15.0	5.0	5.00	95.6	12.5 mcg/ 15ml

To establish molar ratios in the interaction of nickel ions with reagent R, the Asmus straight line method and the saturation method were used. The obtained data show that in the studied concentrations, nickel ions interact with the reagent R in the ratio 1: 2 (Fig. 2). The obtained data on determining the number of substituted hydrogen ions of the reagent during the complexation reaction using the Astakhov graphical method are equal to two. This confirms that the divalent nickel ion reacts with two reagent R molecules. Based on the molar ratios, the electronic structure of the reagent R itself, and the number of protons released, it can be assumed that the coordinating ion is nickel(II). In this case, one proton is released from the reagent molecule and a predominantly chelated cycle is formed due to oxygen of the azo-composing oxygen group, nitrogen of the azo-group (-N=N-) and nitrogen of the pyridyl radical. The molar quenching coefficients of the nickel-reagent complex Rcalculated from the electron spectrum and the Yatsemirsky method were equal (Table 1). The stability constant was calculated from the saturation curve of the nickel complex with reagent R according to the Yatsemirsky method. It is equal to 1.92×10^{10} .



Pic. 2. Determination of the ratio of components in комплексах nickel complexes with the reagent R - (1,1')

The calibration graph for the determination of nickel was constructed as follows: A variable amount of nickel (from 2.00 to 15.00 micrograms) was measured in measuring tubes, 5.0 ml of acetate-hydrochloric acid buffer solution and distilled water up to 15.0 ml.mixed and extracted with 5.0 ml of chloroform for 2 minutes. The entire solution was poured into a dividing funnel and the organic phase was drained into a dry beaker, driedwith anhydrous Na_2SO_4. The optical density was measured on a CFC-3 with N8 light filter, in a cuvette l = 0.5 cm, relative to the reference solution. Based on the results, a calibration graph was constructed, the calculation of mathematical statistics of which showed that the deviation of the free term of the equation from zero is random and the straight line passes through the origin$_{Qme}$=18.58 A. A is the optical density, Q_{Me}Qme is the amount of nickel found in micrograms (Fig. 3).

To assess the correctness and reproducibility of the sorption-photometric method for determining nickel with reagent R, various amounts of the element were determined in optimal conditions in threefold repetition. The results of the experiment showed that the relative standard deviation (Sr) in determining 2.00-15.00 micrograms of nickel does not exceed 0.053.

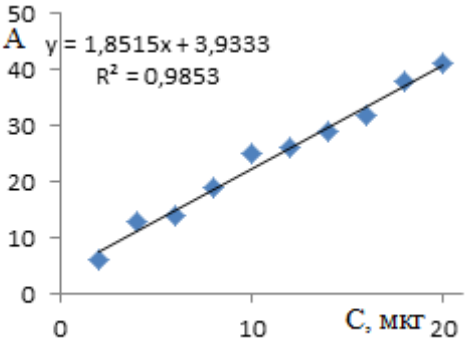


Fig. 3. Calibration graph for the determination of nickel ions by reagent R

The effect of various foreign ions on the sorption-photometric determination of nickel with reagent R was studied by a similar method, except that the amount of foreign ions was added before the introduction of the azo dye solution. Experimental data are presented in the form of a selectivity factor (F= $\frac{C_{Me}}{C_{Ni}}$) –the maximum allowable mass excess. Relative detection error ±5.0%.

Nickel determination is hindered by In^{3+}, Ga^{3+}, Bi^{3+}, Fe^{3+} and EDTA. But after the formation of the nickel complex, EDTA does not interfere with the determination in any ratio. This makes it possible to remove interfering ions by washing the extract with EDTA solution. In

the extraction-photometric method, many metal ions interfere with the determination. Al^{3+}-1000, Mn^{2+}-300, Cr^{3+}-1000, Sr^{2+}-1000, Cd^{2+}-5000, Hg^{2+}-1000, Cu^{2+}-50, V^{5+}-1000, Zn^{2+}-50, Fe^{2+}-30, F-500, H_2O_2-100, тиомочевина-100, CNS-1000, $P_2O_7^{4-}$-1000, $C_4H_4O_6^{2-}$-100, NH_4OH и HCl-1000, $HC_6H_5O_7^{2-}$-1000, $C_6H_7O_6$-1000, SO_3^{2-}-800, $C_2O_4^{2-}$-1000, $H_2PO_4^-$-1000, CH_3COO^--1000, MoO_4^{2-}-400. In the proposed sorption method, many cations do not interfere with the determination of nickel ions, since the processes occur on the surface of a solid carrier and due to the steric arrangement, as well as the rigidity of the molecular skeleton.

Thus, the proposed method of sorption-photometric determination of nickel with reagent Rcan be applied to the analysis of various real objects containing nickel.

Several process mixtures were analyzed that contain, along with nickel, the above-mentioned foreign ions in quantities that do not interfere with the determination (Table 2). As can be seen from the table, nickel can be determined in the presence of many elements.

Table 2.

Determination of nickel in process mixtures (n=5, P=0.95)

Nickel taken, ml	$\bar{A}$	Nickel found, mcg	Sr×10-2^{-2}
Mixture 1			
5.00	0,280	5,20	7,31
10.00	0,530	9,85	7,31
15.00	0,750	13,94	7,31
Mixture 2			
5.00	0,275	5,11	5,9
10.00	0,535	9,94	2,9
15.00	0,760	14,12	1,9
Mixture 3			
5,00	0,268	4,98	1,62
10,00	0,532	9,88	2,30
15,00	0,760	14,12	1,90

The developed method of nickel determination is applied to the analysis of steels and bronze.

Determination of nickel by immobilized reagent 2-(5-methylpyridylazo-2¢ - hydroxy-5¢ - methoxybenzene. A sample of bronze or steel (0,1) is dissolved in conc. nitric or 2M hydrochloric acids when heated. The solution is evaporated to a minimum volume and transferred to a 100 ml flask. An aliquot of the 2 ml solution is taken into the dividing funnel, 0.5 ml of a 40% solution of ferroelectric salt is added there (when analyzing steels, 2 ml of a saturated solution), 5.0 ml of an acetate-hydrochloric acid buffer solution and diluted to 20 ml. The resulting solution is passed through a sorbent immobilized with the reagent and after 3-5 minutes, the optical density of the remaining solution is determined or the reflection spectrum of the nickel complex with the immobilized reagent is removed. (at the selected wavelength).

The results of nickel determination in steels and bronze are given in Table 3.

Table 3.

Determination of nickel in steel and bronze (n=10, P=0.95)

Standard sample	Nickel content according to the passport,%	Found nickel, %	Sr
M-142-2-2	3,3	3,6±0.04	0.014
M-138-2	0,2	0,2±0.04	0.018

A simple sorption-photometric method for determining nickel with the azoreagent 2-(5-methylpyridylazo)-2¢hydroxy-5¢ methoxybenzene is developed, where the metal ion forms a red complex at pH 3.55. The molar ratios of metal and reagent, (Me:HR=2:1), and also found the

stability constant of the complex compound$_{равн}$, Kn, equal to $1.92 \cdot 10^{10}$. Sorption separation of nickel with high strength of the complex and selectivity of the method is investigated. The lower limit of detectable concentrations (C_h) is 0.2 mcg / ml. Thus, the proposed method with a detection limit of 1.0 × 10-9^{-9} wt. % is not inferior to the photometry method [1-3-16] with a detection limit^{-4} of 2-4-10-6^{-6} wt%, but in contrast to the latter, it requires less hardware design and allows you to determine the content of nickel ions in process waters and alloys without preliminary separation of interfering ions.

It can be concluded that the proposed sorption-photometric method for determining nickel with the azoreagent 2-(5-methylpyridylazo) - 2¢ hydroxy-5¢ methoxybenzene is sensitive, selective and differs in the correctness of the results (Sr=0.0416).

References

1. Органические реагенты в неорганическом анализе [Текст] / З. Хольцбехер, Л. Дивиш, М. Крал и др. ; Пер. с чеш. З.З. Высоцкого. - Москва : Мир, 1979. - 752 с.
2. Пилипенко А.Т. Органические реагенты в неорганическом анализе / А. Т. Пилипенко, Л.А.Пилипенко, А.И.Зубенко. — Киев.: Наук. думка, 1994. С. 384.
3. Умланд Ф., Янсен А., Тириг Д., Вюнш Г. Комплексные соединения в аналитической химии. // Пер. с нем. под. ред. Петрухина О.М. – М.: Мир. 1975. – 531с.
4. Органические реагенты в неорганическом анализе / К. Бургер ; пер. с англ. И. В. Матвеевой. - Москва: Мир, 1975. - 272 с.
5. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. Изд. 2-е, перераб. и доп. - М.: Наука. 1964. - 202 с
6. П.П.Коростелев//Приготовление растворов для химико-аналитических работ//Москва-1964 г, стр.265
7. Кутырева М.П., Старикова М.С., Улахович Н.А., Черкасов Р.А., Забиров Н.Г., Соколов Ф.Д. Сорбционное извлечение и концентрирование Ni(II), Zn(II), Cd(II) на нитроцеллюлозных мембранах, модифицированных n-ациламидофосфатами // Журнал аналитической химии. –2010. –Т.65. –№2. –С.140-146.
8. 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.
9. Gafurova, D. A., Khakimzhanov, B. S., Mukhamediev, M. G. & Musaev, U. N. Sorption of Cr(VI) on the Anion-Exchange Fibrous Material Based on Nitron. *Russ. J. Appl. Chem.* **75**, 71–74 (2002).
10. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии.. М.: «Высшая школа», 1996г.
11. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. М.: «Высшая школа», 1982г.
12. Иванов В.М. Гетероциклические азотсодержащие азосоединения.- М.: Наука, 1982.- С.129-136.
13. Мансурходжаев У.М., Толипов Ш.Т., Джиянбаева Р.Х. О синтезе новых азокрасителей на основе анабазина, пиридина, хинолина и антипирина. Научные Труды ТашГУ. Вып 435 . 1973. С 30-33.
14. Xic Mengyog, Panzuting, Xn Mianyi, Ye Menguei. Спектрофотометрическое изучение системы никель 5-(3,5-дибром-2-пиридилазо)-2,4-диаминотолуола-анион поверхностно-активного вещества “Фэньси Хуасюэ”. 1985, 13 №8, 613-618. РЖ Хим. 3Г 311, 1986.
15. Furuka Wa Masamichi, Goto Kazuo, Isiguro Isiguro Yoshio, Shibato Shozo, Katami Takco. Определение никеля с помощью 2-(2-3,5-дибромпиридилазо)-5-диметиламинобензойной кислотой. “Ногая копе тидзюцу сикэндде хококу” 1986, 35 №7, 278-284(яп.,рез.англ.). РЖХим, 6Г 262, 1987

16. Zhan Calianliu, Donghua –Фэньси Хуасюэ.- Anal.chem.-1989- 17 №9, С.808-810.Отделение и фотометрическое определение следов никеля 4-(5-бром-2-пиридилазо)-1,3 диаминобензолом и тритоном Х-100 . РЖХим 1990, 8Г 147.

Author Biographies

Lola M. Khalilova, *National University of Uzbekistan*
Doctoral student of the Department of Analytical Chemistry
Zulayho A. Smanova, *National University of Uzbekistan*
Doctor of Chemistry, Professor, Head of the Analytical Chemistry Department
Ulugbek G. Akhmadjonov, *Tashkent chemical-technological Institute*
assistant
Tarane I. Alieva, *Baku State University*
Lecturer at the Department of Ecological Chemistry, Candidate of Chemical Sciences