

**UOT. 543.422:546.98****NİKELİN TƏRKİBİNDƏ 2-AMİNO-4-NİTRO-6-SULFOTURŞU VƏ  
4-AMİNO-2-TİOURASİL FRAQMENTLƏRİ SAXLAYAN  
XELATƏMƏLƏGƏTİRİCİ POLİMER SORBENTLƏRLƏ  
QATILAŞDIRILARAQ TƏYİNİ****R.Ə.ƏLİYEV, G.Q.NƏZƏROVA, S.Z.HƏMİDOV, F.M.ÇİRAQOV***Bakı Dövlət Universiteti**ciraqov@mail.ru*

*Malein anhidridi-stirol sopolimerinin 2-amino-4-nitro-6-sulfoturşu və 4-aminotiourasil ilə modifikasiyasına əsasən iki xelatəmələgətirici sorbent sintez edilmişdir. Bu sorbentlər vasitəsilə nikelin sorbsiya şəraiti tədqiq edilmişdir. Tədqiqatın nəticələri göstərdi ki, hər iki sorbentin maksimal sorbsiyası pH-4-də müşahidə olunur. Nikelin sorbsiya izotermiləri qurulmuş. Eyni zamanda müxtəlif turşuların nikelin desorbsiyasına təsiri öyrənilmişdir. Optimal şəraitdə nikelin ayrılma dərəcəsi 95 %-dən yüksəkdir.*

**Açar sözlər:** sorbsiya tutumu, qatılaşdırma, fotometriya, nikel

Hal-hazırda nikelin orqanizmin həyat fəaliyyəti üçün əhəmiyyəti sübut olunub. Nikel az miqdarda biokimyəvi proseslərin normal baş verməsi üçün vacibdir. Lakin artıq miqdarda bu element özünü yüksək toksiki zəhər kimi aparır. Ətraf mühitin çirklənmə dərəcəsini tədqiq etmək, qida məhsullarının keyfiyyətini qiymətləndirmək, bioloji obyektlərdə ağır metal ionlarının kiçik miqdarlarının təyini hazırda aktual məsələdir.

Bildiyimiz kimi müxtəlif təbii və sənaye obyektlərində toksiki metal ionlarının mikro miqdarının təyini və bu metal ionlarının kənarlaşdırılması məqsədilə son zamanlar qatılaşdırma metodları daha çox tətbiq olunur. Bunun üçün sintetik və təbii polimer sorbentlərdən geniş istifadə olunur. Məlumdur ki, sintetik polimer sorbentlərin sorbsiya xassələri təbii sorbentlərin sorbsiya xassələrindən yüksək olur. Ona görə də toksik metal ionlarının daha kiçik miqdarının qatılaşdırılaraq təyini üçün effektiv sorbsiya xassələrinə malik polimer sorbentlərin sintezi aktual hesab edilir.

Elementlərin mikromiqdarlarının təyini zamanı həssaslığı artırmaq üçün seçici qatılaşdırma və ayırmada tərkibində xelatəmələgətirici funksional analitik qruplar saxlayan sintetik polimer sorbentlərin sorbsiya xassələrinin tədqiqi və analitik tətbiqi aktual məsələdir. Xelatəmələgətirici iondəyişdiricilər haqqında tarixi məlumat, onların sintezi, iondəyişdirmə və kompleksmələgəlmə

prosesinin praktikasını və nəzəriyyəsi haqqında ədəbiyyatda [1-3] geniş məlumat var.

Nikelin miqdarını izlərinin təyini üçün nikelin immobilizə olunmuş dimetilqliksim və yaxud benzildioksimlə bərk fazada sorbsion ayrılmasını və sorbent fazada əks olunan işıq filtrində spektrofotometrik diffuziya metodu ilə sonuncu miqdarını özündə əks etdirən metodika işlənilib hazırlanmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, ən yaxşı analitik xassəyə xromoton-N-super əsaslı sorbent malikdir. Ondan istifadə etdikdə təyinat sərhədi 0,02 mq/l Ni-ə bərabərdir. Metod nikelin torpaqda, təbiət sularında və yağış sularında nikelin təyini üçün tətbiq edilmişdir. Digər metod Ni(2+)-in o-karboksifenildiazo aminoazobenzolla kompleks şəklində Amberli XA4-4 qatranıyla sorbsiyasına əsaslanır [7-8].

Ədəbiyyat məlumatlarının təhlili göstərdi ki, nikelin mikromiqdarını təyin etmək üçün təyinat sərhədi daha aşağı olan həssas və seçici qatılaşdırma metodikalarına ehtiyac var. Məlumdur ki, xelat sorbentlər elementlərin seçici qatılaşdırılmasında və ayrılmasında müstəsna əhəmiyyətə malikdir.

Təqdim olunan işdə mallein anhidridi stiro polimeri əsasında iki xelat-əmələgətirici sorbent sintez edilmiş və bu sorbentlərin nikel(II) ionunu sorbsiya etmək qabiliyyəti tədqiq edilərək nikelin dəniz suyunda qatılaşdırılaraq təyini metodikası işlənilib hazırlanmışdır.

### **Təcrübi hissə**

**İstifadə olunan məhlullar.** Ni(II) metalının məhlulunu hazırlamaq üçün onun kimyəvi təmiz  $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  duzundan istifadə edilmişdir [4]. Ni(II) ionunun məhlulda tarazlıq qatılığı identifikasiya edilmiş ksilenol narıncı məhlulundan istifadə edərək fotometrik metodla öyrənilmişdir. Məhlulda ion qüvvəsinin lazımi qiymətini yaratmaq üçün kimyəvi təmiz KCl duzu məhlulundan istifadə edilmişdir. Sistemdə lazımi pH yaratmaq üçün ammoniyakasetat bufer məhlullarından (pH 3-11), HCl fiksonalından (pH 0-2) istifadə edilmişdir. KOH məhlulu kimyəvi təmiz kalium-hidroksiddən hazırlanmış və qatılığı standart HCl məhlulu ilə titrlənərək dəqiqləşdirilmişdir.

**Cihazlar.** Məhlulların optiki sıxlıqları KFK-2 fotokalorimetrində ölçülmüşdür. Məhlulların pH-ı pH-25 markalı ionomerin köməyi ilə dəqiqləşdirilmişdir.

İşdə tərkibində 2-amino-4-nitro-6-sulfoturşu ( $S_1$ ) və 4-aminotiourasil ( $S_2$ ) fraqmentləri saxlayan polimer xelatəmələgətirici sorbentlər tətbiq olunub. Sorbent [5] metodikası üzrə sintez olunub. Alınan sorbent 50-60° S temperaturda qurudulmuşdur.

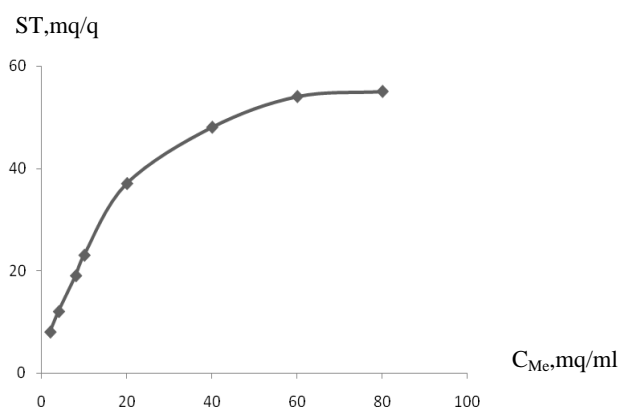
### **Nəticələrin müzakirəsi**

**Sorbsiyaya mühitin pH-nın təsiri.** Ni(II)-in xelatəmələgətirici sorbentlə qatılaşdırılmasına mühitin pH-ın təsiri öyrənilmişdir. Tədqiqatın nəticələri göstərdi ki, hər iki sorbentin maksimal sorbsiyası pH-4-də müşahidə olunur. Maye fazanın 4-dən kiçik pH-da ayrılma dərəcəsi sorbentin funksional qruplarının protonlaşması və polimerin az şişməsi ilə əlaqədar ola bilər. Mühitin pH-nın artması ilə belə polimer sorbentlərin şişməsi artır, nəticədə metal

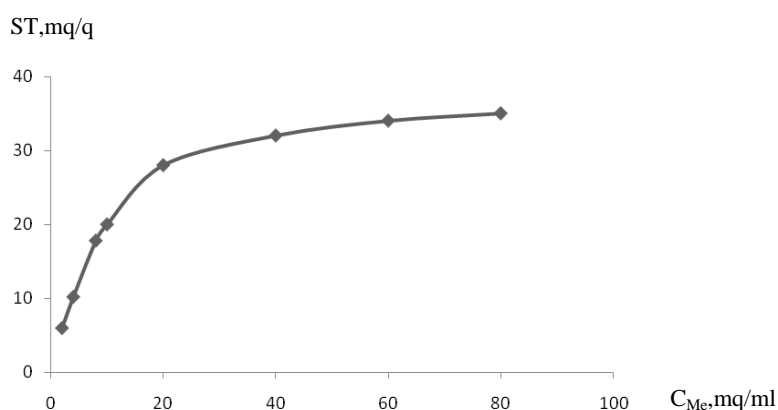
ionlarının makromolekulda olan funksional aktiv qruplarla qarşılıqlı təsiri üçün əlverişli şərait yaranır. pH-ı 8-dən böyük olan sulu məhlullarda Ni(II) ionları kation forma ilə yanaşı hidrosokomplekslər şəklində də mövcud ola bilər [6]. Daha yüksək pH-larda hidroliz sürətlənir və bunun nəticəsində Ni(II)-in sorbsiya dərəcəsi tədricən azalır.

Sorbentin sorbsiyasını statik şəraitdə öyrənilər. Sorbsiyanın optimal pH-nı müəyyən etmək üçün tutumu və forması eyni olan 8 ədəd stəkan götürülür. Hər bir stəkana bərabər miqdarda (50 mq) sorbent əlavə edilir. Stəkanların hər birində Ni(II) ionlarının qatılığı və maye fazanın ümumi həcmi sabit saxlanılır. Dəyişən parametr yalnız mühitin pH-ı olur (1-8). Bir sutkadan sonra metal ionunun tarazlıq qatılığı fotometrik analiz metodu ilə müəyyən edilir (dərəcəli qrafikə əsasən).

**Sorbsiya prosesinə metal ionlarının qatılığının təsiri.** Bütün tədqiqatlar optimal pH-da aparılmışdır (pH 4). Məhlulda Ni(II) ionlarının qatılığı artdıqca sorbsiya olunmuş nikelin miqdarı artır,  $8 \cdot 10^{-3}$  mol/l qatılığında isə maksimal olur (pH=4, V.=25 ml, ST=55 mq/q (S<sub>1</sub> üçün) və ST=35 mq/q (S<sub>2</sub> üçün) (şəkil 1-2).



Şəkil 1. Sorbsiya prosesinin Ni(II) ionunun başlanğıc qatılığından asılılığı (S<sub>1</sub>)



Şəkil 2. Sorbsiya prosesinin Ni(II) ionunun başlanğıc qatılığından asılılığı (S<sub>2</sub>)

**İon qüvvəsinin təsiri.** Sorbsiyaya ion qüvvəsinin təsiri tədqiq edilmişdir. İon qüvvəsinin 0,2 mol/l ( $S_1$  üçün) və 0,4 mol/l ( $S_2$  üçün) qiymətinə qədər artması sorbsiyaya zəif təsir edir. Növbəti artım sorbsiyanın azalmasına səbəb olur. Bu onunla əlaqədardır ki, funksional qrupların ion ətrafı çoxaldıqca nikelin(II) kompleksəmələgətirmə imkanı azalır.

**Sorbsiya prosesinin zamandan asılılığı.** Sorbsiyanın zamandan asılılığı da araşdırılmışdır. Ni(II)-in tam sorbsiyası hər iki sorbentlə 2 saatdan sonra baş verir.

**Desorbsiya.** Nikelin sorbentdən desorbsiyası öyrənilmişdir. Bu məqsədlə eyni qatılıqlı müxtəlif mineral turşuların ( $HClO_4$ ,  $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$ ,  $HCl$ ) təsiri öyrənilmişdir.

Tutum və forması eyni olan müxtəlif qablara tərkibində eyni miqdarda metal ionu olan bərabər kütləli sorbent nümunələri əlavə edilir. Maye fazanın həcmi və turşuların qatılıqlarını dəyişməklə desorbsiya təcrübələri qoyulur. Metal ionunun götürülmüş turşunun hansı həcm və qatılığında maksimum desorbsiya olduğu müəyyən edilir. Eksperiment göstərdi ki, nikel(II) üçün ən yaxşı desorbsiyaedici  $HCl$  ( $S_1$  üçün) və  $HNO_3$  ( $S_2$  üçün) turşularıdır. Cədvəl 1-də  $HClO_4$ ,  $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$ ,  $HCl$  turşuları ilə desorbsiya təcrübələrinin nəticələri göstərilmişdir.

Cədvəl 1

**Nikelin (II)  $S_1$  və  $S_2$  sorbentindən desorbsiya təcrübələrinin nəticələri**

Turşu	Qatılıq, mol/l	Həcm, ml	Desorbsiya dərəcəsi, %	
			$S_1$	$S_2$
HCl	1,0	10	80	78
	2,0	10	90	88
	3,0	5	98	94
$HClO_4$	1,0	10	77	84
	2,0	10	83	88
	3,0	5	89	92
$HNO_3$	1,0	10	65	83
	2,0	10	72	94
	3,0	5	81	98
$H_2SO_4$	1,0	10	76	80
	2,0	10	87	85
	3,0	5	91	93

Nikel (II) ionlarının mikromiqdarlarının ətraf mühit obyektlərində qatılaşdırılaraq yeni, effektiv sorbsion-fotometrik təyini metodikası işlənmişdir. Təyinat metodikası sadədir, yaxşı təkrarlılıqla xarakterizə olunur, real obyektlərin analizi zamanı nəticələrin düzgünlüyünü təmin edir (bu əlavə etmə metodu ilə təsdiq edilmişdir).

İşlənən metodika nikelin dəniz suyunda təyini üçün tətbiq edilmişdir. Alınan nəticələr cədvəl 2-də verilmişdir.

Cədvəl 2

**Dəniz suyunda Ni(II) ionunun S<sub>1</sub> sorbenti ilə qatlaşdırılaraq təyini**

Nümunə	Element	Daxil edilmişdir, mkq/l	Tapılmışdır $\bar{x} \pm \frac{t_p s}{\sqrt{n}}$ , mkq/l
Dəniz suyu*	Ni(II)	-	24,36±0,7308
		5,00	28,18±0,8454
		10,00	33,53±1,0059
		15,00	40,55±1,2165

Nümunə Xəzər dənizinin şərq sahili, Pirallahı rayonu ərazisindən götürülmüşdür.

**ƏDƏBİYYAT**

1. Басаргин Н.Н., Кутырев И.М., Чеботникова Ю.А., Голосницкая В.А., Астахова М.Н., Розовский Ю.Г. Исследование поведения третьего компонента на сорбцию элементов в системе хелатный сорбент – элемент – пара замещенных анилина. Разделение и концентрирование в аналитической химии. Материалы международного симпозиума, посвященного юбилею Ю.А. Золотова, Краснодар, 6-11 окт., 2002, с. 34.
2. Мясоедова Г.В., Саввин С.Б. Хелатообразующие сорбенты. М.: Наука 1984, 173 с.
3. Салдадзе К.М., Копылова-Валова В.Д. Комплексообразующие иониты. М.: Химия, 1980. 336 с.
4. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. М.: Наука, 1964, 261 с.
5. Алиева Р.А., Гамидов С.З., Чырагов Ф.М. Изучение сорбции Zn(II) химически модифицированным синтетическим сорбентом// Вестник БУ, 2007, № 2, с. 28-34.
6. Турова Н.Я. Справочные таблицы по неорганической химии / Под ред. Тамм Н.С. Л.: Химия, 1977, с. 116
7. Ershova Natalija I., Ivanov Vadim V M. Comparison of Three Immobilization Supports for Direct Determination of Nickel Traces by Diffuse Reflection Spectroscopy. Pittsburgh Conf. Anal. Chem. and Appl. Spectrosc., Orlando, Fla, March 7-12, 1999: PITTCON'99, 1990, 2102 p.
8. Liu Yongwen, Chang Xijun, Wang Sui, Guo Yong, Din Bingjun, Meng Shuangming. Solid-Phase Spectrophotometric Determination of Nickel in Water and Vegetable Samples at Sub-мюгl {-1} Level with O-Carboxylphenyldiazoaminoazobenzene Loaded XAD-4 // Talanta N 1, 2004, т.64, с.160-166
9. Магеррамов А.М., Алиева Р.А., Назарова Г.Г., Бахманова Ф.Н., Рустамова М.М., Гамидов С.З., Чырагов Ф.М. Концентрирование никеля (II) хелатообразующим сорбентом. / Химия и Химическое образование XXI века. Сборник материалов II Всероссийской студенческой конференции с международным участием, посвященной 50-летию факультета химии РГПУ им. А.И. Герцена и 100-летию со дня рождения профессора В.В. Перекалина. Санкт-Петербург, 2013, с. 93.

**ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ИОНОВ НИКЕЛЯ С  
ХЕЛАТООБРАЗУЮЩИМ СОРБЕНТОМ, СОДЕРЖАЩИМ 2-АМИНО-4-НИТРО-  
6-СУЛЬФОКИСЛОТА И 4-АМИНО-2-ТИОУРАЦИЛ ФРАГМЕНТОВ**

**Р.А.АЛИЕВА, Г.Г.НАЗАРОВА, С.З.ГАМИДОВ, Ф.М.ЧЫРАГОВ**

**РЕЗЮМЕ**

Синтезирован два хелатообразующий сорбент сополимер малеиновый ангидрид-стирол, модифицированный 2-амино-4-нитро-6-сульфокислота и 4-амино-2-тиоурацила. С помощью этих сорбентов были исследованы сорбционные условия никеля. Результаты исследования показали, что максимальная сорбция обоих сорбент наблюдалось рН-4. Была построена изотерма сорбции никеля, также исследовали влияние различных кислот на десорбции никеля. В оптимальных условиях, степень разделения никеля превышает 95%.

**Ключевые слова:** сорбционная емкость, концентрирование, фотометрия, никель

**PRECONCENTRATION OF NICKEL IONS WITH CHELATING SORBENTS  
CONTAINING 2-AMINO-4-NITRO-6-SULFONIC ACID AND  
4-AMINO-2-THIOURACIL FRAGMENT**

**R.A.ALIYEVA, G.G.NAZAROVA, S.Z.HAMIDOV, F.M.CHYRAGOV**

**SUMMARY**

Two chelating sorbents have been synthesized on the basis of the modification of copolymer of styrene-maleic anhydride with 2-amino-4-nitro-6-sulfonic acid and 4-amino-2-thiouracil. With the help of these sorbents, sorption conditions of nickel have been studied. The results show that the maximum sorption of sorbents was observed at PH-4. Sorption isotherms of nickel have been constructed and the effect of different acids on the desorption of nickel was studied. In optimal conditions, the degree of separation of nickel exceeds 95%.

**Key words:** sorption capacity, preconcentration, photometry, nikel

*Redaksiyaya daxil oldu: 27.09.2013-cü il*

*Çapa imzalandı: 27.01.2014-cü il*