

MOLİBDEN(VI) VƏ VANADIUM (V) İONLARININ p-AMİNOFENOL SORBENTİ İLƏ SORBSİYASININ MÜXTƏLİF OBYEKTLDƏ TƏDQIQI

K.S.Abdullayeva¹, M.B.Həsənova², C.İ.Mirzai³

^{1,2} Azərbaycan Dövlət Neft və Sənaye Universiteti, Bakı, Azərbaycan

³ Bakı Dövlət Universiteti, Bakı, Azərbaycan

¹ abdullayeva-1974@inbox.ru, <http://orcid.org/0000-0001-5911-1926>

² m.hesenova.74@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-9566-1295>

³ <http://orcid.org/0000-0001-6492-9239>

XÜLASƏ

Müxtəlif sintez olunmuş sorbentlərlə molibdenin və vanadiumun sorbsion-fotometrik təyini üsulları təqdim edilmişdir. Optimal pH 4 göstəricisində, sorbsiya prosesinin tarazlığı tədqiq olunan ionlarda 2-3 saat müddətində sona çatmışdır. Aparılan işlərin nəticələrinə görə deyə bilərik ki, perxlorat turşusu metal ionlarını daha yaxşı desorbsiya etmə qabiliyyətinə malikdir. Sorbsiya və desorbsiya təcrübələri dinamik şəraitdə aparılmışdır. Optimal şəraiti müəyyən etmək üçün bir sıra amillərin təsiri (elyuentin qatılığının, nümunənin və elyuentin verilmə sürətinin, nümunənin həcmnin, matrisa komponentlərinin təsiri və s.) müəyyən edilmişdir.

Açar sözlər: molibden, vanadium, sorbsiya, desorbsiya, spektrofotometrik, sorbent, torpaq, perxlorat turşusu, malein anhidridi, stirol.

Giriş

Məlumdur ki, maddələrin (əksər hallarda metalların) mikromiqdarlarının analizi prosesində zəruri hesab edilən ilkin qatılaşdırma mərhələsində tətbiq olunan metodlar arasında öz sadəliyinə və digər üstünlüklərinə görə sorbsion metod xüsusi yer tutur. Məsələ burasındadır ki, qeyd edilən hallarda tədqiqat üçün götürülən obyektlərin müxtəlif tərkibə malik olması, mane olan matrisanın mövcudluğu təyin olunan komponentlərin miqdarının kiçik olması ilə yanaşı mənfi təsir edən bir faktor kimi analizi daha da çətinləşdirir. Bu baxımdan müxtəlif real sistemlərdə mikrokomponentlərin ilkin qatılaşdırma mərhələsi kimi sorbsiya mərhələsinin də daxil olduğu kombinə edilmiş təyinat metodlarının işlənilib hazırlanması xüsusi aktualıq və əhəmiyyət kəsb edir. Təqdim edəcəyimiz iş molibdenin müxtəlif obyektlərdə təyinatı ilə əlaqədar. Molibdenin təyinatı müxtəlif üsullardan istifadə edilir [1,2].

Analiz aparılan obyektlərin mürəkkəb tərkibdə olması, təyin ediləcək məhlullarda mikrokomponentlərin miqdarının çox az miqdarda olması analizi aparmağa imkan vermir. Çox zaman müsbət nəticələrin əldə olunmasını imkansız edir. Göstərilən problemin həlli son zamanlar geniş tətbiq sahəsi tapan öncədən qatılaşdırma aparmaqla yeni analiz metodlarının işlənməsidir [3]. Sorbsion metodları analiz olunan obyektlərdə yüksək həssaslıq və seçicilik təmin edir və bu xüsusiyyətlər onların praktikada geniş tətbiqinə səbəb olur. Kompleksməhləgətirici sorbentlərin istifadəsi ilə yaradılan sorbsiyalı analitik sistemlər son dərəcə uğurlu hesab olunur.

İşin məqsədi: MASS (malein anhidridi-stirol sopolimeri) əsasında tərkibində amin qruplar

saxlayan sorbentlərin sintezi; Mo(VI) və V(V) ionlarının təyinin üçün yeni yüksək göstəricilərə malik təyin olunma üsullarının işlənməsidir. Eyni zamanda təcrübədən alınan nəticələrə görə müxtəlif təbii və sənaye obyektlərində Mo (VI) və V(V) ionlarının kiçik miqdarların qatılardırılaraq təyin etməkdir və bu məqsədlə kompleksmələgətirici sorbentlər tətbiq edilmişdir [4].

Təcrübi hissə

Məhlullar, reagentlər, sorbentlər.

Məhlulları hazırlamaq üçün kimyəvi təmiz maddələrdən istifadə edilmişdir. Molibden (VI) məhlulu $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ duzunu distilə edilmiş suda, V(V) ionunun 10-2 M qatılıqlı işçi məhlulu ammonim vanadat duzundan alınmışdır [5]. Tələb olunan pH-ı hazırlamaq üçün HCl turşusundan, ammonium asetat duzundan və ion qüvvəsinin hesablanması üçün kimyəvi təmiz KCl məhlulundan istifadə olunmuşdur. Molibden(VI) ionunun iki tip kompleks birləşməsinin tədqiqatı həyata keçirilmişdir: metal ionunun piroqallolun azotörəmələri ilə əmələ gətirdiyi binar komplekslər və binar kompleksə üçüncü komponent kimi daxil edilmiş səthi aktiv maddələrin və ya hidrofob aminlərin iştirakı ilə əmələ gələn müxtəlifliqandlı komplekslər. Piroqallolun azotörəmələrindən 2,3,4-trihidroksifenilazo-5'-sulfoaftalindən (R1), Bis-(2,3,4-trihidroksifenilazo)-benzidindən (R2), səthi aktiv maddə kimi setilpiridinxlorid (SPCl), setiltrimetilammonium bromiddən (STMABr) və ya hidrofob aminlərdən isə fenantrolin (fen). α, α' -dipiridildən (dip) istifadə olunmuşdur. İşdə MASS əsasında molibden(VI) və vanadium(V) ionlarının qatılardırılması üçün tərkibində tiöseмикarbazid (M1), p-aminofenol (M2), m-aminofenol (M3), p-amino salisil turşusu (M4) fraqmentləri saxlayan xelatmələgətirici polimer sorbentlər sintez edilmiş [3], molibdenin(VI) və vanadiumun(V) optimal sorbsiya və desorbsiya prosesləri öyrənilmişdir. Onların aqressivlik dərəcəsinə görə zəif turş və neytral mühitdə yüksək sorbsiya tutumuna malik olduqları müəyyən edilmişdir. Tədqiqatların məntiqi nəticəsi olaraq molibdenin(VI) mikromiqdarlarının qatılardırılaraq fotometrik və sorbsion-fotometrik yeni təyinat metodikaları işlənməmişdir.

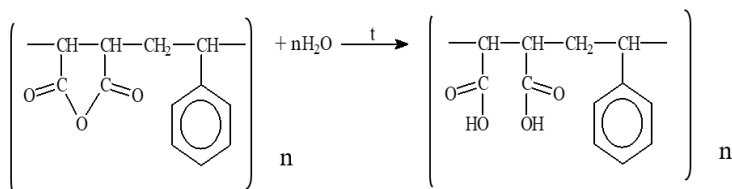
Cihazlar.

Mühitdə aqressivlik dərəcəsinin təhlili «PHS-25» markalı şüşə elektrodlu ionomer ilə aparılmışdır. Optiki sıxlıq (məhlulların işıqudması) «Lambda-40» Perkin Elmer spektrofotometrində və fotoelektrokolorimetr KFK-2 cihazlarında ölçmələr aparılmışdır.

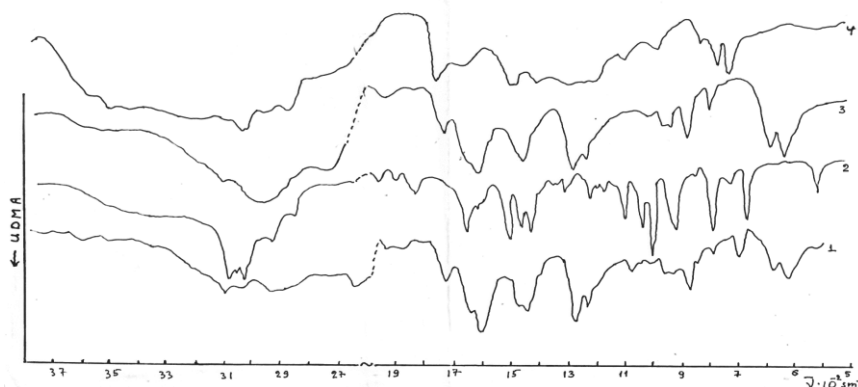
Sorbentlərin sintezi.

Sopolimerin sintezi məlum metodika əsasında aparılmışdır. Məlim olmuşdur ki, sopolimerin çıxımı yüksək faiz təşkil (95 – 97%) təşkil edir. Ədəbiyyatdan məlumdur ki, sopolimer xətti quruluşludur və malein anhidridi stirolla 1:1 mol nisbətində növbəli sopolimer əmələ gətirir. Reaksiyanı aparmıq üçün qum hamamından və mexaniki qarışdırıcıdan istifadə olunmuşdur. Məlum olmuşdur ki, hidrid qrupları (sopolimerin tərkibində olan) sulu mühitdə hidrolizə uğrayır.

Davamsız karbonilamin sistemdə formaldehid və aminin qarşılıqlı təsirdən alınır. Sintez nəticəsində alınmış karbonilamin karboksil qrupları ilə qarşılıqlı təsirdə olur bunun nəticəsində sistemə daxil eilən amin qrupu makromolekulaya daxil olur. Reaksiyanın tənliyini belə təsvir etmək olar.



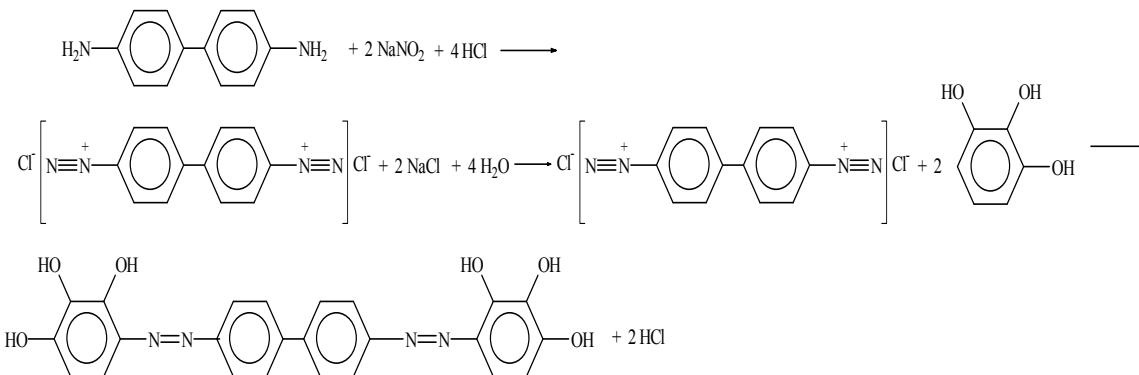
Alınmış sorbentlərin identifikasiyası İQ spektrlərə əsasən aparılmışdır.



Şəkil 1. P-aminofenol sorbentinin İQ spektri: 1-(MA), 2- Stirol(S), 3-(MASS), 4- MASS+ p-aminofenol

Reagentlərin sintezi. Reagenti sintezi iki mərhələdə aparılır. Birinci mərhələ diazonium duzunun alınmasıdır. İkinci mərhələ isə alınmış diazonium duzunu hissə-hissə üçboğazlı kolbada 0°C-də priqalol məhlulunun üzərinə əlavə edilir 1-2 saat müddətində qarışdırılır. Alınan çöküntü süzülər, distillə suyu ilə yuyularaq kalsium xloridlə qurudulur və müxtəlif fiziki-kimyəvi analiz metodları ilə yoxlandıqdan sonra tədqiqatların aparılması üçün istifadə olunur.

Spektrlərin analizinin nəticəsinə əsasən 1500-1520 sm⁻¹ tezliklərdə müşahidə olunan udma zolağı -N=N- qrupunun udma zolağına aid edilmişdir. Ədəbiyyat məlumatlarına əsasən 1400-1650 sm⁻¹ tezlik intervalında müşahidə olunan rəqslərin azoqrupların rəqsi oblastını xarakterizə etdiyini bilirik. Reagentin alınma reaksiyasının tənliyini belə təsvir etmək olar.



Alınan nəticələr və onu təhlili

pH-ın sorbsiya prosesinə təsiri

Sorbsiya prosesində optimal şəraiti müəyyən etmək üçün eyni tutumlu stəkanlar götürülmüş və onların içərisinə bərabər miqdarda sorbent əlavə edilmişdir. Metal ionlarının qatılığı və maye fazanın həcmi dəyişməz saxlanılır. Dəyişən ancaq pH-lar olur (0-11). Alınan nəticələrə əsasən sorbsiya dərəcəsi ilə məhlulun pH-ı arasında asılılıq əyrisi qurulur və maksimum sorbsiya udma qabiliyyəti pH-4-də müşahidə olunur. Sonrakı mərhələdə analizlər optimal pH-4-də aparılır. Abşeron yarımadasında götürülmüş torpaq nümunəsində tədqiqatlar aparılan zaman $(5,24 \pm 0,28) \cdot 10^{-4}\%$ molibden olduğu müəyyən edilmişdir. Həmçinin tədqiq olunan sorbentlə (p-aminofenol (M2) Vanadiumun(V) gil nümunəsində qatılaşıdıraraq təyini aparılmışdır. Alınmış nəticələrin düzgünlüyü atom-absorbsion analiz metodu ilə təsdiq edilmişdir.

Cədvəl 1. Vanadiumun(V) gil nümunəsində M2 sorbenti vasitəsilə qatılaşıdıraraq təyinin nəticələri (n=6; P=0,94)

| Sorbsiyalı-fotometrik metod, mkq/ml | Atom-absorbsion analiz metodu, mkq/ml |
|-------------------------------------|---------------------------------------|
| 0,388±0,01 | 0,375±0,03 |

References

1. Smith, TF, Waterman, MS: Ümumi molekulyar alt ardıcılıqların müəyyən edilməsi. J. Mol. Biol. 147 , 195-197 (1981). doi: 10.1016/0022-2836(81)90087-5
2. May, P., Ehrlich, H.-C., Steinke, T.: ZIB strukturunun proqnozlaşdırılması boru kəməri: veb xidmətləri vasitəsilə mürəkkəb bioloji iş axınının tərtib edilməsi. In: Nagel, WE, Walter, WV, Lehner, W. (eds.) Euro-Par 2006. LNCS, vol. 4128, səh. 1148-1158. Springer, Heidelberg (2006). doi: 10.1007/11823285_121
3. Foster, I., Kesselman, C.: The Grid: Blueprint for a New Computing Infrastructure. Mor-qan Kaufmann, San Fransisko (1999)
4. Czajkowski, K., Fitzgerald, S., Foster, I., Kesselman, C.: Paylanmış resurs mübadiləsi üçün şəbəkə məlumat xidmətləri. In: Yüksək Performanslı Paylanmış Hesablama üzrə 10-cu IEEE Beynəlxalq Simpoziumu, səh. 181-184. IEEE Press, Nyu-York (2001). doi: 10.1109/HPDC.2001.945188
5. Алиева Р.А., Чырагов Ф.М., Гамидов С.З. Сорбционное исследование меди (II) полимерным сорбентом // Журн. Химические проблемы. 2006, № 4, с. 161-163
6. Гамбаров Д.Г. Новый класс фотометрических реагентов-соединений на основе пирогаллола: Автореф. дис. ... докт.хим.наук, Москва, 1984, с.40

ИЗУЧЕНИЕ СОРБЦИИ ИОНОВ МОЛИБДЕНА(VI) И ВАНАДИЯ(V) СОРБЕНТОМ *p*-АМИНОФЕНОЛА В РАЗЛИЧНЫХ ОБЪЕКТАХ

К.С.Абдуллаева¹, М.Б.Гасанова², Ч.И.Мирзай³

^{1,2} Азербайджанский Государственный Университет Нефти и Промышленности, Баку, Азербайджан

³Бакинский государственный университет, Баку, Азербайджан

¹ abdullayeva-1974@inbox.ru, <http://orcid.org/0000-0001-5911-1926>

² m.hesenova.74@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-9566-1295>

³ <http://orcid.org/0000-0001-6492-9239>

РЕЗЮМЕ

Представлены методы сорбционно-фотометрического определения молибдена и ванадия с использованием различных синтезированных сорбентов. При оптимальном pH 4 равновесие процесса сорбции исследуемых ионов завершалось в течение 2-3 часов. По результатам работы можно сказать, что хлорная кислота обладает лучшей способностью десорбировать ионы металлов. Эксперименты по сорбции и десорбции проводились в динамических условиях. Для определения оптимальных условий определяли влияние ряда факторов (концентрация элюента, скорость подачи пробы и элюента, объем пробы, компоненты матрицы и т.д.).

Ключевые слова: молибден, ванадий, сорбция, десорбция, спектрофотометрия, сорбент, почва, хлорная кислота, малеиновый ангидрид, стирол.

STUDY OF SORPTION OF MOLYBDENUM(VI) AND VANADIUM(V) IONS WITH *p*-AMINOPHENOL SORBENT IN DIFFERENT OBJECTS

К.С.Abdullayeva¹, М.В.Hasanova², С.И.Mirzai³

^{1,2} Azerbaijan State Oil and Industry University, Baku, Azerbaijan

³ Baku State University, Baku, Azerbaijan

¹ abdullayeva-1974@inbox.ru, <http://orcid.org/0000-0001-5911-1926>

² m.hesenova.74@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-9566-1295>

³ <http://orcid.org/0000-0001-6492-9239>

ABSTRACT

Methods of sorption-photometric determination of molybdenum and vanadium with various synthesized sorbents were presented. At the optimum pH 4, the equilibrium of the sorption process in the investigated ions was completed within 2-3 hours. According to the results of the work, we can say that perchloric acid has a better ability to desorb metal ions. Sorption and desorption experiments were carried out under dynamic conditions. The effect of a number of factors (eluent concentration, sample and eluent delivery rate, sample volume, matrix components, etc.) was determined to determine the optimal conditions.

Keywords: molybdenum, vanadium, sorption, desorption, spectrophotometric, sorbent, soil, perchloric acid, maleic anhydride, styrene.