

**AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASI TƏHSİL NAZİRLİYİ
BAKİ DÖVLƏT UNİVERSİTETİ**

Əlyazması hüququnda

CEYHUN ƏNDƏHƏT OĞLU ƏLƏKBƏROV

**BİSMUTUN SORBSİON FOTOMETRİK TƏYİNİ
METODİKALARININ İŞLƏNİLMƏSİ**

2301.01 – analitik kimya

kimya elmi üzrə fəlsəfə doktoru alimlik dərəcəsi
almaq üçün təqdim edilmiş

A V T O R E F E R A T I

Bakı – 2016

İş Bakı Dövlət Universitetinin «Analitik kimya» kafedrasında yerinə yetirilmişdir

Elmi rəhbərlər:

- akademik A.M.Məhərrəmov
- kimya elmləri doktoru, professor S. R. Hacıyeva

Rəsmi opponətlər:

- kimya elmləri doktoru, professor Qurbanov Ələkbər Nemət oğlu
- kimya elmləri namizədi, b.e.i. Paşacənov Aydın Məhəmməd oğlu

Aparıcı təşkilat: Azərbaycan Dövlət Neft və Sənaye Universiteti “Kimya və qeyri-üzvi maddələrin texnologiyası” kafedrası

Müdafə « 29 » iyun _____ 2016-cı il saat « 11 » da
Bakı Dövlət Universitetinin nəzdindəki D 02.011 Dissertasiya
Şurasının iclasında keçiriləcəkdir.

Ünvan: Az1148, Bakı, Z.Xəlilov küçəsi, 23.

Dissertasiya ilə Bakı Dövlət Universitetinin kitabxanasında tanış olmaq olar.

Avtoreferat « 27 may _____ » 2016-cı ildə göndərilmişdir.

**D 02.011 Dissertasiya Şurasının
elmi katibi, k.e.d., professor**

M.Ə.Allahverdiyev

İŞİN ÜMUMİ XARAKTERİSTİKASI

Mövzunun aktuallığı. Ətraf mühitin kimyəvi tullantılarla çirkənməsi, digər tərəfdən texnologiyanın və texnikanın yeni istiqamətlərdə inkişafı, müasir səviyyəli sənaye obyektlərində maddələrin miqdarı təyini tələb edir. Ədəbiyyat məlumatlarının analizinə əsasən qeyd etmək lazımdır ki, bir çox elementlərin effektiv analitik nəzarətin tələblərinə cavab verən təyini metodikaları hələ də yoxdur. Bu məqsədlə yüksək analitik parametrləri ilə seçilən, metodikaların işlənilib hazırlanması həmişə aktual bir məsələ kimi qalır.

Məlumdur ki, bismut sənayenin bir sıra sahələrində geniş tətbiq edilir. Müasir analitik kimyanın aktual problemlərindən biri geoloji obyektlərdə, maqmatik dağ süxurlarında, təbii və sənaye obyektlərində bismut(III) ionunun təyini. Yüksək həssaslığa baxmayaraq bəzi hallarda müasir üsulların selektiv analizi bu elementlərin az miqdarının təyini zamanı onların qatılaşıdırılaraq kənar ionlardan ayrılmasını tələb edir. Buna görə də arsen yarımqruplu elementlərin selektiv qatılaşıdırılması bir çox hallarda əsas mərhələdən – nümunənin hazırlanmasından asılıdır. Sorbsion metodlar bismutun qatılaşıdırılması və təyini üçün geniş istifadə olunur. Belə ki, selektiv sorbsiya üsulları, yüksək hasilat dərəcəsi, asan istifadə və sonrakı təyinat metodları ilə əlaqələndirilməsinin mümkünliyünü təmin etmək üçün geniş istifadə olunur.

Arsen yarımqruplu elementlərin izlərinin təbii və sintetik polimer sorbentlərlə qatılaşıdırılaraq təyini geniş istifadə olunur. Ədəbiyyatdan məlumdur ki, xelat sorbentlər bu metalların qatılaşıdırılmasında müstəsna əhəmiyyətə malikdirlər. Lakin ədəbiyyatda malein anhidridi-stirol sopolimeri əsasında alınan sorbentlərlə Bi(III) ionunun qatılaşıdırılaraq təyini haqqında məlumata az rast gəlinir. Son 40 ildə bismut(III)ionunun kompleks birləşmələrinin bioloji fəallığının öyrənilməsi böyük maraq kəsb edir.

Fotometrik analiz metodu analitik kimyanın məlum metodları içərisində özünün sadəliyi və iqtisadi cəhətdən sərfəli olması ilə seçilir. Lakin hələ də bir çox elementlərin yüksək analitik imkanlara malik təyini metodikaları hələ də yoxdur. Bu nöqtəyi nəzərdən yüksək metroloji xarakteristikaları ilə seçilən metodların işlənilib hazırlanması həmişə aktual məsələ kimi qalır.

Dissertasiyada bismutun(III) fotometriyası və sorbsion qatılaşıdırma tədqiqat metodikaları işlənilib hazırlanmışdır. Belə metodların tətbiqi zamanı

nümunənin həcmi azaltmaq, təyin olunma sərhəddini aşağı salmaq, fon makrokomponentlərin təsirini tamamilə kənarlaşdırmaq və əhəmiyyətli dərəcədə azaltmaq və nəticədə analiz təkrarlılığını və həssaslığını artırmaq, nümunənin analizə hazırlanma müddətini azaltmaq mümkündür.

Dissertasiya işi Bakı Dövlət Universitetinin Kimya fakültəsinin «Analitik kimya» kafedrasının apardığı elmi işlərinə müvafiq olaraq (Dövlət qeydiyyatı № 01870009955) yerinə yetirilmişdir.

İşin məqsədi. Piroqallol əsasında sintez edilmiş üzvi reagentlərin Bi(III) ionları ilə əmələ gətirdiyi binar və müxtəlifliqandlı kompleks birləşmələrin tədqiqi və bu ionların təyini üçün yeni, həssas və seçici metodikalar hazırlayıb təbii və sənaye obyektlərinə tətbiqindən və malein anhidridi-stirol sopolimeri əsasında tərkibində funksional analitik qruplar saxlayan sorbentlərin alınması; yeni qatılaşdırma üsullarının işlənməsi və alınmış təcrübə nəticələrlə əsasən müxtəlif təbii və sənaye obyektlərində bismut(III) ionlarının mikromiqdarlarının qatılaşdırılaraq təyindən ibarətdir.

Qarşıya qoyulmuş məqsədə çatmaq üçün aşağıdakı məsələlər həll edilmişdir.

- piroqallol əsasında azobirləşmələrin və malein anhidridi-stirol sopolimeri əsasında sorbentlərin sintezi, onların quruluşu, xassələri və əsas fiziki-kimyəvi xarakteristikalarının öyrənilməsi;
- Bi (III) ionunun tədqiq edilən reaktivlərlə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələrin tədqiqi və onlara bəzi səthi aktiv maddələrin təsirinin öyrənilməsi, bismut(III) ionlarının statik və dinamik şəraitdə sorbsiya və desorbsiya proseslərinin öyrənilməsi;
- binar və müxtəlifliqandlı kompleks birləşmələrin fiziki-kimyəvi və analitik xassələrinin öyrənilməsi, yüksək analitik göstəricilərə malik komplekslərin seçilməsi;
- real obyektlərdə bismut(III) ionlarının ayrılması, qatılaşdırılması və təyini üçün optimal sorbsion sistemlərin seçilmə prinsiplərinin öyrənilməsi;
- təbii və sənaye obyektlərində bismut(III) ionlarının fotometrik və sorbsion-fotometrik təyinat metodikalarının işlənilməsi

Elmi yenilik. Bismutun(III) analitik praktikasına piroqallolun azotörəmələri və onların səthi aktiv maddələrlə modifikasiya olunmuş formaları daxil edilmişdir. Müxtəlifliqandlı komplekslərin əmələ gəlməsi ilə əlaqədar olaraq kompleks əmələgəlmənin optimal şəraiti turş mühitə sürüşür və reaksiyalar yüksək seçiciliklə xarakterizə olunurlar.

Tərkibində xelatəmələgətirici qruplar saxlayan polimer sorbentlərlə bismut(III) ionlarının mikromiqdarlarının sorbsiyası sistematik tədqiq edilmiş və hər bir «element-sorbent» sistemi üçün sorbsiyanın optimal şəraiti və prosesin analitik xarakteristikaları müəyyən edilmişdir; konkret obyektlərin analizi zamanı qatılaşdırma dərəcəsi müəyyən edilmişdir.

Praktik əhəmiyyəti. Bismut(III) ionlarının dəniz suyunda, torpaqda, qurğuşun və mis əsaslı standart ərintilərdə, dərman vasitələrində qatılaşdırılaraq sorbsion-fotometrik analiz metodu ilə təyinat metodikaları işlənib hazırlanmışdır. İşlənmiş metodikaları digər təbii və sənaye obyektlərinə də tətbiq etmək olar.

İşin aprobasiyası. Dissertasiya işinin materialları aşağıdakı konfranslarda məruzə və müzakirə edilmişdir: Azərbaycan xalqının Ümummilli lideri Heydər Əliyevin anadan olmasının 90-cı ildönümünə həsr olunmuş I Beynəlxalq kimya və kimya mühəndisliyi konfransı (Bakı, 2013), “Sibir və uzaq şərq analitikləri” IX elmi konfrans (Krasnoyarsk, 2012), Professor A.Ə.Verdizadənin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş “Üzvi reagentlər analitik kimyada” II Respublika konfransı (Bakı, 2014), «Sintez və kompleksmələgəlmənin uğurları» III Ümumrusiya elmi konfransı (Moskva, 2014), Ümummilli lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 91-ci ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” mövzusunda VIII Respublika elmi konfransı (Bakı, 2014), “Analitik kimya” kafedrasının 80 illik yubileyinə həsr olunmuş VI respublika elmi konfrans (Bakı, 2015), Ümummilli lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 92-ci ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” mövzusunda IX Respublika elmi konfransı (Bakı, 2015), Ümummilli lider H.Əliyevin anadan olmasının 92-ci illiyinə həsr olunmuş “XXI əsrdə ekologiya və torpaqşünaslıq elmlərinin aktual problemləri” IV Respublika elmi konfransı (Bakı, 2015), Ümummilli lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 93-cü ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” mövzusunda IX Respublika elmi konfransı (Bakı, 2016).

Nəşr edilmə. Dissertasiyanın mövzusunə aid 5 məqalə, 11 tezis nəşr edilmişdir.

Dissertasiyanın həcmi və quruluşu. Dissertasiya giriş, I-V fəsil, nəticə və istifadə edilmiş ədəbiyyat siyahısından (183) ibarət olmaqla 141 kompüter səhifəsindən ibarətdir. Aparılmış tədqiqatların nəticələri 21 şəkil və 32 cədvəldə verilmişdir.

İŞİN QISA MƏZMUNU REAKTİVLƏRİN FİZİKİ-KİMYƏVİ XASSƏLƏRİ

İşdə piroqallol əsasında sintez edilmiş reaktivlərdən: 2,3,4-trihidroksi-fenilazo-5'-sulfoaftalin (R₁), 2,3,4-trihidroksi-4'-sulfoazobenzol (R₂), 2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-xlorazobenzol (R₃) və 2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-nitrozobenzol (R₄) istifadə edilmişdir. Reaktivlərin şərti işarəsi, quruluş formulu, adları cədvəl 1-də verilmişdir.

Cədvəl 1

Reaktivlərin quruluş formulları və adları

Şərti işarəsi	Formulu	Adı
R ₁		2,3,4-trihidroksi-fenilazo-5'-sulfo naftalin
R ₂		2,3,4-trihidroksi-4'-sulfoazobenzol
R ₃		2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-xlorazobenzol
R ₄		2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-nitrozobenzol

Bismutun(III) reagentlərlə əmələ gətirdiyi binar və üçlü sistemlərin spektrofotometrik tədqiqi. Təklif olunan 4 reaktivin hər birinin bismut(III) ionu ilə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələr spektrofotometrik tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, Bi(III) ionu təklif olunan reaktivlərlə intensiv rəngli kompleks birləşmələr əmələ gətirir.

İşdə tədqiq edilən komplekslərə üçüncü komponentlərin təsiri öyrənilmişdir. Üçüncü komponent kimi səthi-aktiv maddələr - setilpiridin xlorid (SPCl), setilpiridin-bromid (SPBr), setiltrimetilammonium bromid

(STMABr), triton X-114 (Tri X-114), dekametoksin (Dek) və p-polibenzilpiridin xloriddən (p-PBPCl) istifadə edilmişdir. Bütün üçüncü komponentlərin tədqiqat işində istifadə edilmiş işçi məhlulları onların hesablanmış nümünə çəkisinin su-spirt (3:7) qarışığında həll edilməsi ilə hazırlanmışdır. Aparılan təcrübələrdə «k.t.» və «a.ü.t.» maddələrdən istifadə edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, qeyd edilən birləşmələrin təsirindən bismutun(III) R₁-R₄ reaktivləri ilə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələrin udma spektrində və optimal pH-da müəyyən dəyişikliklər baş verir. Belə ki, kompleksəmələgəlmənin optimal pH-ı turş mühitə doğru sürüşür, optimal pH-da optiki sıxlığın qiyməti artır, maksimum işıqudmasında batoxrom yerdəyişmə baş verir. Cədvəl 2-də bismutun(III) tədqiq olunan binar və qarışıqlıqandlı kompleks birləşmələrinin spektrofotometrik xarakteristikaları verilmişdir.

Cədvəl 2

Bismutun tədqiq olunan binar və qarışıqlıqandlı kompleks birləşmələrinin spektrofotometrik xarakteristikaları

Kompleks	pH _{opt}	λ _{max} , nm	ε · 10 ⁻⁴	Kompleksin tərkibi	Ber q.-na tab., mkq/ml	lgK _f
Bi-R ₁	2,0-2,5	452	1,65±0,11	1:2	0,836-6,688	7,68±0,12
Bi-R ₁ -SPBr	1,5-2,0	487	2,05±0,15	1:2:2	0,418-6,688	16,72±0,25
Bi-R ₁ -SPCl	1,5-2,0	478	2,10±0,18	1:2:2	0,418-6,688	14,76±0,20
Bi-R ₁ -STMABr	1,5-2,0	473	2,15±0,16	1:2:2	0,418-6,688	13,59±0,21
Bi-R ₁ -Triton X-114	1,5-2,0	464	3,75±0,18	1:2:1	0,418-6,688	11,42±0,24
Bi-R ₂	1,8-2,2	545	1,75±0,10	1:2	0,420-5,850	10,93±0,20
Bi-R ₂ -SPCl	1,8-2,2	468	2,00±0,11	1:2:2	0,420-8,360	19,67±0,31
Bi-R ₂ -Triton X-114	2,5-3,0	471	4,00±0,19	1:2:1	0,210-6,688	17,72±0,26
Bi-R ₃	3,0-3,5	465	1,70±0,12	1:2	0,836-6,688	7,89±0,10
Bi-R ₃ -Dek	1,8-2,2	482	1,96±0,15	1:2:2	0,418-6,688	14,62±0,21
Bi-R ₃ -SPBr	1,8-2,2	479	1,92±0,11	1:2:2	0,418-6,688	14,18±0,17
Bi-R ₄	3,5-4,0	439	1,25±0,03	1:2	0,836-7,520	6,82±0,10
Bi-R ₄ -Triton X-114	1,3-2,0	464	3,25±0,06	1:2:1	0,420-7,520	16,47±0,18
Bi-R ₄ -p-PBPCl	0,7-1,0	478	3,75±0,04	1:2:2	0,210-6,688	18,35±0,28



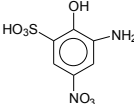
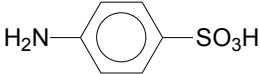
Bismutun(III) fotometrik metodla təyini. Bismutun(III) R_1 - R_4 reaktivləri ilə əmələ gətirdikləri binar və müxtəlifliqandlı kompleks birləşmələr fotometrik metod vasitəsilə tədqiq edilmişdir. Bütün metodikalarda təcrübi iş plan üzrə aparılmışdır: kompleksəmələgəlmənin optimal şəraitində dərəcəli qrafik qurmaqla bismutun(III) təyin olunma intervalı tapılmışdır.

İşlənmiş hər bir metodika üçün seçicilik öyrənilmiş və ədəbiyyatda bismutun(III) təyini üçün məlum metodikalar ilə müqayisə edilmişdir. Yüksək seçiciliyə malik olan metodikalar bismutun(III) mürəkkəb tərkibli obyektlərdə təyini üçün istifadə edilmişdir. Tədqiq olunan reaktivlərin Bi(III) ionu ilə kompleksəmələgəlməsinə kənar ionların təsiri, yəni seçicilik öyrənilmişdir. Alınmış nəticələrin analitik parametrlərinin ədəbiyyatdan məlum olan reagentlərin tətbiqi nəticəsində alınmış nəticələrlə müqayisəsi göstərir ki, bu reaksiyaların həssaslıqları ədəbiyyatdan məlum olan reagentlərin həssaslıqlarına nisbətən aşağı olmasına baxmayaraq, seçicilikləri yüksəkdir.

SORBENTLƏRİN SİNTEZİ, İDENTİFİKASIYASI VƏ ONLARIN FİZİKİ-KİMYƏVİ SABİTLƏRİNİN TƏYİNİ

Sorbentlərin sorbsiya xassələri onların tərkibində olan funksional qrupların təbiətindən və polimer matrisanın xassələrindən asılıdır. Ədəbiyyat məlumatlarınınin təhlilinə əsaslanaraq belə nəticəyə gəlmək olar ki, mikrokomponentlərin qatılardırılması üçün ən geniş istifadə olunan sorbentlər arasında xelatəmələgətirici sorbentləri xüsusi fərqləndirmək lazımdır. Xelatəmələgətirici polimer sorbentlərin digər tip sorbentlərdən əsas fərqi polimer matrisada məhluldaki metal ionları ilə xelat tsiklləri əmələ gətirməklə qarşılıqlı təsirdə olmaq qabiliyyətinə malik kimyəvi aktiv qrupların olmasıdır. Bu qruplar polimer matrisaya ya kimyəvi modifikasiya yolu ilə daxil edilir, ya da polimer sorbentin sintezi prosesində əmələ gəlir. Tədqiqat zamanı istifadə olunan sorbentlər məlum metodika üzrə sintez edilmişdilər. Matrisa kimi malein anhidridi-stirol sopolimeri istifadə edilmişdir. Malein anhidridi-stirol sopolimeri formaldehid iştirakında müxtəlif aminlərlə (cədvəl 3) modifikasiyaya uğradılaraq xelatəmələgətirici sorbentlər alınmışdır

Sorbent zvenolarına daxil edilmiş fraqmentlər

<i>Sorbentin şərti işarəsi</i>	<i>Fraqment</i>
M ₁	
M ₂	
M ₃	
M ₄	$\text{H}_2\text{N}-\text{C}(\text{S})=\text{NH}_2$
M ₅	
M ₆	$\text{H}_2\text{N}-\text{C}(\text{S})=\text{CH}_3$
M ₇	$\text{H}_2\text{N}-\text{C}(\text{S})=\text{C}(\text{S})-\text{NH}_2$
M ₈	$\text{CH}_3-\text{C}(\text{O})-\text{CH}_2-\text{C}(\text{O})-\text{CH}_3$

POLİMER SORBENTLƏRİN BİSMUTLA(III) KOMPLEKSƏMƏLƏGƏTİRMƏSİNİN MÜXTƏLİF FİZİKİ-KİMYƏVİ ANALİZ METODLARI İLƏ TƏDQIQI

Malein anhidridi-stirol sopolimerinin kimyəvi modifikasiyasından alınmış sorbentlərin bismutla (III) kompleksəmələgətirməsi potensiometrik titrləmə və termogravimetrik analiz metodları ilə tədqiq edilmişdir.

Xelatəmələgətirici polimer sorbentlərin selektivliyi sorbent fazada əmələ gələn komplekslərin davamlılıqları arasındakı fərqdə əks olunur. Xelatəmələgətirici polimer sorbentlərin analitik tətbiqi əksər hallarda bu fərqi əsaslanır. Xelatəmələgətirici polimer sorbentlərin müxtəlif metal ionlarına (Me₁, Me₂) qarşı selektivliyi sorbent fazada əmələ gələn

komplekslərin davamlılıq sabitlərinin nisbəti ilə ifadə olunur:

$$S = \frac{K_{\text{dav.,Me}_1}}{K_{\text{dav.,Me}_2}} \quad \text{və ya} \quad \lg S = \lg K_{\text{dav.,Me}_1} - \lg K_{\text{dav.,Me}_2}$$

Potensiometrik titrləmə metodu ilə alınmış sorbentlərin bismut(III) ionu ilə sorbent fazada əmələ gətirdikləri kompleks birləşmələrin davamlılıq sabitlərini təyin etmək üçün Byerrum metodundan istifadə edilmişdir.

Sorbentlərin ionlaşma sabitlərinin qiyməti ilə sorbent fazada əmələ gələn komplekslərin davamlılıq sabitləri arasında qrafiki asılılıq qurulmuşdur. Təcrübi olaraq müəyyən edildir ki, $\lg \beta_2 = f(pK_1)$ və $\lg \beta_2 = f(pK_2)$ asılılıqları monotondur və ümumiyyətlə sorbentlərin turşuluq xassəsi artdıqca polixelatların davamlılığı azalır.

Sorbentlərin və onların Bi(III) ionu ilə əmələ gətirdiyi polixelatların temperatura qarşı davamlılığı termoqrammetrik analiz metodu ilə öyrənilmişdir. Sorbentlərin termoqrammasından məlum olur ki, əvvəlcə endotermik effektlə müşahidə olunan suyun ayrılması, nisbətən yuxarı temperaturalarda zəif ekzotermik effektlə müşahidə olunan makromolekulların destruksiyası və destruksiya olunmuş hissələrin oksidləşməsi (və ya yanması) baş verir.

Praktiki məqsədlər üçün sorbentlərin temperatura qarşı davamlılığı 10, 20 və 50% parçalanma temperaturlarına (T_{10} , T_{20} , T_{50}) görə xarakterizə edilir (cədvəl 4).

Cədvəl 4

Sorbentlərin temperatura qarşı davamlılığı

Sorbent	Parçalanma temperaturu, °C		
	T_{10}	T_{20}	T_{50}
M_1	70	90	380
M_2	75	110	360
M_3	70	100	350
M_4	80	105	355

Polixelatların termolizi göstərir ki, onlar uyğun sorbentlə müqayisədə daha davamlıdır. Bu sorbent fazada davamlı xelat komplekslərin alınması ilə izah oluna bilər.

Cədvəl 4-dən görüldüyü kimi, malein anhidridi-stirol sopolimeri

əsasında alınmış sorbentlərin 100-120 °C-dən yuxarı temperaturlarda tətbiqi məqsədəuyğun deyildir.

SORBENTLƏRLƏ Bi(III) İONLARININ SORBSİYA VƏ DESORBSİYA TARAZLIĞININ TƏDQIQI

Sorbentlərin Bi(III) ionlarının müxtəlif təbii və sənaye obyektlərində qatılşdırılması və təyində tətbiqi məqsədilə onun alınmış yeni sorbentlərlə sorbsiya və desorbsiya tarazlığı tədqiq edilərək optimal şərait müəyyən edilmişdir.

Bismut(III) ionlarının sorbsiya prosesinə mühitin turşuluğunun təsiri. Bi(III) ionlarının sorbentlərlə kompleksmələgətirmə reaksiyasının tarazlığına təsir edən mühüm amillərdən biri maye fazada hidrogen ionlarının qatılığıdır. Bu onunla şərtlənir ki, elementlərin ayrılması, qatılşdırılması və təyini üçün tətbiq olunan əksər üzvi reagentlər və xelatmələgətirici polimer sorbentlər zəif turşu xassəli birləşmələrdir. Yəni, pH-dan asılı olaraq makromolekullarda ionlaşmış və ionlaşmamış funksional qrupların miqdar nisbəti dəyişir. Həmçinin, pH-ın qiymətindən asılı olaraq Bi(III) ionunun məhlulda vəziyyəti müxtəlif olur. Beləliklə, hər bir konkret halda Bi(III) ionunun sorbent tərəfindən sorbsiyası maye fazanın pH-nın qiymətinin müəyyən intervalında maksimum olur.

Bi(III) ionlarının optimal sorbsiya pH-ının qiyməti (pH_{opt}) təcrübi üsulla sorbsiya dərəcəsi (R, %) ilə hidrogen ionunun qatılığı (pH 0-10) arasında qurulmuş qrafiki asılılıqdan təyin edilmişdir (cədvəl 5).

Sorbentlərlə Bi(III) ionlarının sorbsiyasına mühitin pH-ının təsirini öyrənilmişdir. Təcrübə göstərir ki, tədqiq olunan heterogen sistemdə turş mühitdən zəif turş və neytral mühitə doğru Bi(III) ionlarının paylanma əmsalının qiyməti artır. Ehtimal etmək olar ki, maye fazanın pH-ının aşağı qiymətlərində (pH 0-3,0) paylanma əmsalının qiymətinin kiçik olması makromolekullarda olan funksional qrupların protonlaşmış formada olması və polimer sorbentin şişmə dərəcəsinin kiçik olması ilə əlaqədardır. Maye fazanın pH-nın qiyməti artdıqca tərkibində turş xassəli qruplar saxlayan polimer sorbentlərin şişmə dərəcəsi artır və nəticədə sorbentin tərkibində olan koordinasion-aktiv qrupların Bi(III) ionları ilə qarşılıqlı təsirdə olması üçün daha əlverişli şərait yaranır. Sulu məhlulda pH 4,0-8,0 intervalında Bi(III) ionları kation forma ilə yanaşı hidrosokomplekslər şəklində də mövcud olur. Məhlulun pH-ının daha yuxarı qiymətlərində bu formanın əmələ gəlməsi ilə nəticələnən hidroliz prosesləri sürətlənir və Bi(III) ionlarının

sorbsiya dərəcəsi tədricən azalır.

Cədvəl 5

Statik sorbsiya təcrübələrinin əsas göstəriciləri

Sorbent	ST, mq/q	Sorb. dərəc. %	pH _{opt.}	μ*, mol/l	Zaman, saat	d, mm
M ₁	400	94	5	0,6	2	0,14
M ₂	120	87	5	0,8	2	0,14
M ₃	200	90	5	1,0	2	0,14
M ₄	392	91	5	0,8	2	0,14
M ₅	559	96	6	0,4	0,5	0,14
M ₆	373	92	5	1,0	3	0,14
M ₇	305	95	6	0,8	3	0,14
M ₈	295	98	5	1,0	3,5	0,14

*-ion qüvvəsinin sorbsiya dərəcəsinin ciddi azalmasına səbəb olan qiyməti

Bi(III) ionlarının sorbentın hansı forması ilə daha yaxşı sorbsiya olduğunu müəyyən etmək üçün məlum tənlıklərdən istifadə etməklə sorbentlərin ionlaşma sabitlərinin qiymətinə əsasən onların molekulyar və ion formalarının mol hissələri hesablanmış və pH-dan asılı olaraq paylanma diaqramı qurulmuşdur. Bi(III) ionlarının optimal sorbsiya pH-ın 5,0-6,0 intervalında olması sorbsiyanın əsasən ionlaşmış forma (HR⁻, R²⁻) ilə getdiyini göstərir.

Sorbentlərin Bi(III) ionuna görə sorbsiya tutumlarının təyini.

Sorbentın sorbsiya tutumu (ST) sorbentın verilmiş kütləsi ilə optimal şəraitdə müəyyən həcmli model məhluldan metal ionunun maksimum sorbsiya oluna bilən miqdarını xarakterizə edir.

Hər bir “element-sorbent” sistemi üçün sorbsiya tutumu təcrübi yolla təyin edilmişdir. Bunun üçün optimal şəraitdə sorbsiya təcrübəsi qoyulmuş və aşağıdakı ifadə ilə sorbentın sorbsiya tutumu hesablanılır:

$$ST = \frac{c_0 - c_{tar.}}{V_{m.f.} \cdot m_{sorb.}}; \quad (\text{mmol/q}) \quad \text{və ya} \quad ST = \frac{m_{ud.}}{m_{sorb.}} \cdot 1000; \quad (\text{mq/q})$$

burada, c₀ və c_{tar.} - uyğun olaraq Bi(III) ionunun maye fazada başlanğıc və tarazlıq qatılığı, M; V_{m.f.} - maye fazanın həcmi, l; m_{sorb.} - götürülmüş sorbentın kütləsi, q; m_{ud.} - sorbentın tərkibinə keçmiş Bi(III) ionunun kütləsidir, mq.

Sorbsiya prosesinin zamandan asılılığı. Statik şəraitdə optimal turşuluqlu mühitində (pH_{opt.}), ion qüvvəsinin sabit qiymətində sorbsiya təcrübəsi qoyulmuş və müxtəlif zaman fasilələrində maye fazadan alikvot

hissə götürülərək məhlulda Bi(III) ionunun qatılığı təyin edilmişdir. Təcrübə göstərir ki, malein anhidridi-stirol sopolimeri əsasında alınmış sorbentlərlə sorbsiya tarazlığı 2-3 saat ərzində yaranır (cədvəl 5).

Sorbsiya prosesinə məhlulun ion qüvvəsinin təsiri. Məhlulun ion qüvvəsinin qiyməti artdıqca tədqiq olunan Bi(III) ionunun sorbsiya dərəcəsi azalır. Yəqin ki, bu makromolekullarda olan ionogen qrupların ionlaşma potensialının artması nəticəsində (ekranlaşma effekti) Bi(III) ionu ilə kompleksmələgətirmə (həmçinin, iondəyişmənin) ehtimalının azalması ilə əlaqədardır. Bu ehtimalın azalmasının konkret olaraq məhlulun ion qüvvəsinin hansı qiymətindən başladığını müəyyən etmək üçün tutum və forması eyni olan müxtəlif qablarda, optimal turşuluqlu mühitində (pH_{opt}) sorbsiya təcrübələri qoyulmuşdur. Tarazlıq halında bismuth(III) ionunun qatılığı fotometrik analiz metodu ilə müəyyən edilmişdir (dərəcəli qrafikə əsasən). Müəyyən edilmişdir ki, ayrı-ayrı sistemlər üçün maye fazada ion qüvvəsinin qiymətinin 0,4-1,0 mol/l qiymətinə qədər artması sorbsiya dərəcəsinin ciddi azalmasına səbəb olmur (cədvəl 5).

«Sorbent-maye faza» sistemində elementlərin paylanma əmsalının təyini. Sorbentləri müqayisə etmək üçün sorbsiya prosesinin paylanma əmsalı ən əlverişli xarakteristikadır. Belə ki, paylanma əmsalının yüksək qiymətlərində elementlərin praktiki olaraq tam ayrılması mümkündür. Məhlulun həcmi və sorbentin kütləsini dəyişməklə elementlərin ayrılma dərəcəsini hesablayarkən paylanma əmsalının qiymətini nəzərə almaq lazımdır. Hər bir konkret sorbsion sistemdə paylanma əmsalının qiyməti sorbsiya izotermindən tapılır. Sorbsiya izotermi optimal sorbsiya şəraitində sorbsiya olunan ionun sorbent fazadakı miqdarının (m_q/q) tarazlıq halında maye fazadakı miqdarından (m_q/l) asılılıq əyrisidir.

Sorbsiya izotermi tədqiq etmək üçün tutumu 100 ml olan kimyəvi stəkanlar götürülür və hər birinə 50 mq sorbent əlavə edilir. Maye fazanın həcmi 20 ml olmaq şərti ilə götürülmüş qablarda sorbsiya olunan metal ionlarının müxtəlif qatılıqları yaradılır, heterogen sistemdə optimal sorbsiya mühiti yaradılır və tam sorbsiya tarazlığı yaranana qədər gözlənilir. Sonra hər bir təcrübədə maye fazada (elyuatda) Bi(III) ionunun qatılığı (m_q/l) uyğun metodla təyin edilir. Desorbsiyadan sonra işə filtratda metal ionunun qatılığı (m_q/q) təyin edilərək, c - a koordinatlarında qrafiki asılılıq qurulur. Burada, c – Bi(III) ionunun məhlulda tarazlıq qatılığı, m_q/l ; a - sorbent fazada elementin miqdarıdır, m_q/q .

Cədvəl 5-dən göründüyü kimi malein anhidridi-stirol sopolimeri əsasında alınmış sorbentlərin tədqiq edilən metal ionlarına qarşı maksimal

sorbsiya qabiliyyəti maye fazanın pH-nın 5,0-6,0 intervalında müşahidə olunur. Göstərilən pH intervalında alınmış sorbentlər əsasən ionlaşmış formada olduğundan sorbentlərin ionlaşmış formada daha yaxşı sorbsiya qabiliyyətli olduğunu göstərir.

Udulmuş metal ionunun polimer sorbentlərdən desorbsiyasının öyrənilməsi. Əvvəlcə eyni qatılıqlı müxtəlif turşuların (HClO_4 , H_2SO_4 , HNO_3 , HCl) desorbsiya prosesinə təsiri öyrənilmişdir. Təcrübə göstərir ki, bütün hallarda HClO_4 -ün desorbsiya etmək qabiliyyəti daha yüksəkdir.

Həcmi və forması eyni olan müxtəlif qablara tərkibində eyni miqdarda bismut(III) ionu olan bərabər kütləli sorbent nümunələri əlavə edilir. Maye fazanın həcmi və turşuların qatılıqlarını dəyişməklə desorbsiya təcrübələri qoyulmuşdur. Bi(III) ionunun götürülmüş turşunun hansı həcm və qatılığında maksimum desorbsiya olunduğu müəyyən edilmişdir (5-10 ml, 1,0-2,0 M HClO_4).

Metal ionlarının alınmış sorbentlərlə statik şəraitdə sorbsiya və desorbsiya tarazlıqlarının optimal şəraiti müəyyən edildikdən sonra Bi(III) ionlarının sorbsiya və desorbsiya tarazlıqları dinamik şəraitdə tədqiq edilmişdir. Belə ki, elementlərin analitik təyini zamanı əsasən dinamik şəraitdə (minikalonkada) qatılaşdırmadan istifadə olunur.

Elyuentin qatılığından asılılıq. Statik desorbsiya təcrübələrinin nəticələrindən görüldüyü kimi, götürülmüş turşulardan HClO_4 daha yaxşı desorbsiya qabiliyyətinə malikdir. Dinamik şəraitdə optimal desorbsiya şəraitini müəyyən etmək üçün desorbsiya dərəcəsinin perxlorat turşusunun qatılığından asılılığı (0,2 – 2,0 mol/l) tədqiq edilmişdir. M_6 ilə alınmış təcrübi nəticələr cədvəl 6-da göstərilmişdir.

Cədvəl 6

Bi (III) ionlarının desorbsiya dərəcəsinə elyuentin qatılığının təsiri ($n=3$, $C_{Me} = 20 \text{ mq/l}$, $V_{m.f.} = 20 \text{ ml}$)

Sorbent	HClO_4 -ün qatılığı, M	HClO_4 -ün həcmi, ml	R, %
M_6	0,2	10	78
		5	81
	0,5	10	82
		5	85
	1,5	10	96
		5	95
	2,0	10	96
		5	96

Digər sorbentlər üçün də analoji təcrübələr qoyulmuş və müəyyən edilmişdir ki, bütün sorbentlər üçün 1,0-2,0 M HClO₄ sorbsiya olunmuş Bi(III) ionlarının polimer sorbentlərdən miqdarı ayrılmasını təmin edir.

Nümunənin və elyuentin verilmə sürətinin sorbsiya prosesinə təsiri. Nümunə məhlulu və elyuentin verilmə sürəti elementərin dinamik şəraitdə polimer sorbentlərlə ayrılması və qatılaşdırılması zamanı vacib xarakteristikalardan biri hesab olunur. Tədqiq edilən metal ionlarının qatılığı 100 mq/l olan 20 ml məhlulə HNO₃ əlavə etməklə pH-ın optimal qiyməti yaradılır. Alınmış məhlul 1 – 5 ml/dəq sürəti ilə içərisində 100 mq xelatəmələgətirici polimer sorbent olan 0,5 sm diametrli şüşə minikalonkadan keçirilir. Axın sürəti bismut(III) ionu üçün 1,5 ml/dəq-dən böyük olduqda elementlərin ayrılma dərəcəsi azalır (miqdarı ayrılma baş vermir - R<95%).

Elementlərin miqdarı ayrılmasından sonra polixelatlardan bismutun(III) desorbsiyasına yuxarıda göstərilən qayda ilə perxlorat turşusunun verilmə sürətinin təsiri tədqiq edilmişdir. Tədqiqat zamanı elyuentin sürətinin 1,0 ml/dəq-dən böyük qiymətlərində miqdarı olaraq desorbsiyanın baş vermədiyi müəyyən edilmişdir.

Nümunənin həcmnin təsiri. Su nümunələrinin polimer sorbentlərlə qatılaşdırılaraq analizi zamanı uyğun həcm (R>95% olması üçün) seçilməsi qatılaşdırma dərəcəsinin artırılması üçün vacib parametrlərdən biridir. Buna görə də bismut(III) ionlarının qatılığı 100 mq/l olan məhlullar hazırlanır və HNO₃ əlavə etməklə pH-ın optimal qiyməti yaradılır. Hazırlanmış məhluldan müxtəlif həcmələr (50 – 1000 ml) götürülərək optimal sürətlə içərisində 100 mq sorbent olan minikalonkadan keçirilir və elementlərin sorbsiya dərəcəsi hesablanılır. M₆ ilə bismut(III) ionlarının sorbsiyası zamanı ayrılma dərəcəsinə nümunənin həcmnin təsiri cədvəl 7-də verilmişdir.

Cədvəl 7

Bi(III) ionlarının M₆ sorbenti ilə sorbsiyasına nümunənin həcmnin təsiri, C_{Me}=100 mq/l

Nümunənin həcmi, ml	R, %
100	100
200	95
400	96
600	94
800	94
900	91
1000	85

Matrisanın təsiri. Su nümunələrində (dəniz suyu, neft çıxarılan zaman alınan su və s.) bismut (III) ionlarının mikromiqlarlarının qatılaşdırılması zamanı matrisanın makro- və mikrokomponentlərinin (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Fe(III) , Al(III) , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Cl^- , SO_4^{2-}) maneəedic təsiri nəzərə alınmalıdır. Bu ionların təsirini nəzərə almaq üçün bismut(III) ionlarının qatılığı 200 mq/l olan 50 ml məhlulə hər bir elementin müxtəlif miqdarları əlavə edilmişdir. Hazırlanmış məhlul dinamik şəraitdə qatılaşdırılaraq analiz edilmişdir. M_6 sorbenti ilə alınmış təcrübi nəticələr cədvəl 8-də verilmişdir.

Cədvəl 8

Bi(III) ionlarının M_6 ilə sorbsiyası zamanı su nümunələrində olan əsas matrisa komponentlərinin ayrılma dərəcəsinə təsiri (axın sürəti 1,2 ml/dəq; $m_{\text{sorb.}} = 100$ mq)

İon	Qatılıq, mq/ml	R, %
Na^+	22 000	97
K^+	27000	98
Mg^{2+}	7 000	97
Ca^{2+}	7 000	95
Cl^-	38 000	96
SO_4^{2-}	10 000	95
Cu^{2+}	8	96
Mn^{2+}	8	95
Fe^{3+}	10	97
Al^{3+}	10	99

Bismutun(III) R_1 - R_4 reaktivləri ilə səthi-aktiv maddələr iştirakında müxtəlifliqandlı komplekslər əmələ gətirməsinə əsaslanan fotometrik təyinat metodikalarının yüksək həssaslıq, seçicilik, dəqiqlik və təkrarlıqə malik olması onların mürəkkəb tərkibli obyektlərin analizində istifadə olunmasına imkan verir. Buna görə də işlənmiş metodikalar mürəkkəb tərkibli təbii və sənaye obyektlərində bismutun(III) mikromiqlarının təyini üçün tətbiq edilmişdir.

Bismutun(III) Bi(III)- R_1 -SPBr müxtəlifliqandlı kompleksi şəklində təyini metodikası qurğuşun əsaslı A 263-3 standart nümunəsində, Bi(III)- R_1 -Triton X-114 və Bi(III)- R_2 -Triton X-114 müxtəlifliqandlı kompleksləri şəklində təyini metodikaları mis əsaslı A 332-2, A 332-3 və A 332-4 standart nümunələrdə, Bi(III)- R_2 -Triton X-114 müxtəlifliqandlı kompleksi şəklində təyini metodikası De-Nol dərman vasitəsində onun miqlarının

fotometrik təyini üçün istifadə edilmişdir (cədvəl 9). Təyinatın nəticələrinin düzgünlüyü pasport göstəricilərinə əsasən və əlavə etmə metodu ilə dəqiqləşdirilmişdir.

İşlənmiş qatılaşdırılma və fotometrik təyinat metodikalarından istifadə etməklə dəniz suyunda və torpaqda bismutun mikromiqdarı sorbsion-fotometrik təyin edilmişdir. Türkan qəsəbəsində Xəzər dənizi sahillərindən götürülmüş dəniz suyunda bismut(III) M_1 sorbenti ilə qatılaşdırıldıqdan sonra Bi(III)- R_2 -Triton X-114 müxtəlifliqandlı kompleksi şəklində əlavə etmə metodundan istifadə edilməklə təyin edilmişdir.

Bismutun(III) torpaqdakı miqdarı M_5 sorbenti ilə qatılaşdırıldıqdan sonra R_3 reaktivi ilə təyin edilmişdir. İşlənmiş metodikaların düzgünlüyü əlavə etmə metodu ilə təsdiq edilmişdir (cədvəl 10).

Cədvəl 9

Bismutun(III) müxtəlif obyektlərdə fotometrik təyininin nəticələri

Reaktiv	Standart nümunələr	Obyekt-lər	Pasporta görə, Bi %	Fotometrik me-todla tapılıb, Bi%	Sr
R_1 -SPBr	A 263-3	Qurğuşu n əsaslı ərinti	Sn-15,0; Sb – 15,0; Cu – 1,5; Fe – 0,03; Zn – 0,08; Bi – 0,1; Al – 0,007; Pb - qalanı	0,095±0,020	0,047
R_1 -Triton X-114	A 332-2	Mis əsaslı ərinti	Zn – 3,0; Ni – 3,7; Pb – 19,14; Sb – 3,45; P – 0,14; Fe – 0,20; Al – 0,01; Si – 0,016; As – 0,066; Sn – 0,23; Bi – 0,018; Cu – 70,03	0,0187±0,0011	0,051
	A 332-3		Zn – 3,8; Ni – 3,25; Pb – 19,49; Sb – 3,05; P – 0,25; Fe – 0,09; Al – 0,025; Si – 0,05; As – 0,10; Sn – 0,39; Bi – 0,030; Cu – 69,475	0,0285±0,0019	0,057
	A 332-4		Zn – 5,1; Ni – 2,55; Pb – 22,13; Sb – 2,1; P – 0,33; Fe – 0,07; Al – 0,04; Si – 0,07; As – 0,15; Sn – 0,66; Bi – 0,056; Cu – 66,744	0,0572±0,0025	0,038
R_2 -Triton X-114	De - Nol	Dərman vasitəsi	21,44±1,05	20,85±0,76	0,032
	A 332-2	Mis əsaslı ərinti	0,018	0,0187±0,0011	0,051
	A 332-3		0,030	0,0285±0,0019	0,057
	A 332-4		0,056	0,0572±0,0025	0,038

Cədvəl 10

Bi(III) ionlarının müxtəlif obyektlərdə qatılaşdırılaraq təyininin nəticələri

Sorbent	Nümunə	Daxil edilmişdir, mkq/l		Tapılmışdır $\bar{x} \pm \frac{t_{pS}}{\sqrt{n}}$, mkq/l
M ₁	*Dəniz suyu	-		0,018±0,003
		5,00		4,956±0,002
		10,00		11,016±0,003
		15,00		14,820±0,004
M ₅	Torpaq	Tapılıb Bi _i	Əlavə edilib Bi _i	Tapılıb Bi _i
		$(1,8 \pm 0,01) \cdot 10^{-5} \%$	0.00001 %	$(2,8 \pm 0,02) \cdot 10^{-5} \%$
		$(1,6 \pm 0,01) \cdot 10^{-5} \%$	0.00001 %	$(2,6 \pm 0,01) \cdot 10^{-5} \%$

*Nümunə Xəzər dənizi Türkan qəsəbəsi sahillərindən götürülmüşdür

NƏTİCƏLƏR

1. Ətraf mühit obyektlərinin analizi zamanı bismut(III) ionlarının qatılaşdırılması üçün müxtəlif polimer matrisalar əsasında alınmış xelatəmələgətirici sorbentlərin və iondəyişdiricilərin tətbiqi haqqında olan ədəbiyyat məlumatları ümumiləşdirilmişdir. Tərkibində sorbsiya olunan metal ionlarına qarşı həris kompleksmələgətirici qruplar saxlayan xelatəmələgətirici polimer sorbentlərin üstün cəhətləri göstərilmişdir. Mürəkkəb kimyəvi tərkibli ətraf mühit obyektlərinin analizi zamanı bismut(III) ionlarının ayrılması və qatılaşdırılması üçün xelatəmələgətirici polimer sorbentlərin alınması, sorbsiya xassələrinin tədqiqi və analitik tətbiqinin aktuallığı əsaslandırılmışdır.
2. Bismutun(III) tədqiq edilən binar və qarışıqlıqandlı kompleks birləşmələri fiziki-kimyəvi analiz metodları vasitəsilə tədqiq edilmişdir. Spektrofotometrik metod vasitəsilə komplekslərin spektrofotometrik xarakteristikaları (pH_{opt} , λ_{opt} , molyar işıqudma əmsalı, komplekslərin tərkibi, Ber qanununa tabeçilik intervalı, davamlılıq sabiti) müəyyən edilmişdir. Xelatəmələgətirici sorbentlərlə bismut(III) ionlarının optimal sorbsiya və desorbsiya şəraitləri müəyyən edilmişdir. Bismutun(III) tədqiq edilən reaktivlər ilə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələrə səthi-aktiv maddələrin təsiri öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, üçüncü komponentin təsirindən kompleks birləşmələrin analitik parametrləri artır.
3. Sorbentlərin və bismut(III) ionlarının sorbent fazada əmələ gətirdiyi polixelatların temperatura qarşı davamlılığı termoqravimetrik analiz metodu ilə tədqiq edilmişdir. Polixelatların temperatura qarşı davamlılığı ilə onların davamlılıq sabitləri arasında korrelyasiya olduğu müəyyən

edilmişdir. Göstərilmişdir ki, xelatəmələgətirici polimer sorbentlərin temperaturaya qarşı davamlılığına funksional analitik qrupun təbiəti ciddi təsir edir.

4. Xelatəmələgətirici sorbentlərlə bismut(III) ionlarının optimal sorbsiya və desorbsiya şəraitləri müəyyən edilmişdir. Göstərilmişdir ki, malein anhidridi-stirol sopolimeri əsasında alınmış sorbentlər pH-ın kiçik qiymətlərində aşağı sorbsiya tutumu, zəif turş və neytral mühitdə isə yüksək sorbsiya tutumu ilə xarakterizə olunurlar. Uduşmuş metal ionları müxtəlif turşularla desorbsiya edilir. Turşunun qatılığı artdıqca desorbsiya dərəcəsi artır. Perxlorat və sulfat turşuları daha yaxşı desorbsiya qabiliyyətinə malikdir. Göstərilmişdir ki, alınmış sorbentlər bir neçə (6-8 tsikl) «sorbsiya-desorbsiya» tsiklindən sonra sorbsiya xassələrini itirmir.
5. Bismutun(III) piroqalol əsasında sintez edilmiş R_1 - R_4 reaktivləri ilə eyni- və səthi-aktiv maddələr iştirakında müxtəlifliqandlı kompleks birləşmələr əmələ gətirməsinə əsaslanan yeni fotometrik metodikalar işlənilib hazırlanmışdır. Bunun üçün bismutun(III) eyni- və müxtəlifliqandlı komplekslər şəklində təyini üçün dərəcəli qrafik qurulmuş, Ber qanununa tabe olan qatılıq intervalları müəyyən edilmiş və təyinatə kənar ion və pərdələyici maddələrin təsiri öyrənilmişdir. Təklif edilmiş metodikalar həssaslıq və seçiciliyinə görə müqayisə edilmiş və bismutun(III) müxtəlifliqandlı komplekslər şəklində təyini metodikalarının daha yüksək seçiciliyə malik olduğu müəyyən edilmişdir.
6. Təklif edilmiş metodikalar qurğuşun və mis standart nümunələrdə, Ne-Nol dərman vasitəsində bismutun(III) fotometrik, dəniz suyu və torpaqda isə sorbsion-fotometrik təyini üçün tətbiq edilmişdir. İşlənmiş metodikaların nəticələrinin düzgünlüyü pasport göstəricilərinə əsasən və əlavə etmə metodu ilə təsdiq edilmişdir.

Dissertasiyanın nəticələri aşağıdakı işlərdə ifadə edilmişdir.

1. Нагиев Х.Д., Халилова Ф.Г., Алекберов Дж.А., Бабаев А.К. Определение висмута(III) с 2,2',3,4-тетрагидрокси-3'-сульфо-5'-нитроазобензолом в присутствии п-полибензилпиридиний хлорида. // Матер. IX научн. конф. «Аналитика Сибири и Дальнего Востока». Красноярск, 8-13 окт. 2012. Красноярск 2012. с.266.
2. Мəһəргəmov А.М., Ələкбərov С.Ə., Nağıyev X.C., Hacıyeva S.R., Çıraqov F.M. Vismutun(III) 2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-nitroazobenzol və triton X-114-lə müxtəlifliqandlı kompleksinin spektrofo-

- tomетрик tədqiqi.// «Koordinasion birləşmələr kimyası» V Respublika elmi konfransı. 19-20 dekabr 2012-ci il. Bakı 2012. s.3-4.
3. Məhərrəmov A.M., Nağıyev X.C., Ələkbərov C.Ə., Hacıyeva S.R., Çıraqov F.M. Vismutun(III) sintetik polimer sorbsiyasının tədqiqi və fotometrik təyini. // Azərbaycan xalqının Ümummilli lideri Heydər Əliyevin anadan olmasının 90-cı ildönümünə həsr olunmuş I Beynəlxalq kimya və kimya mühəndisliyi konfransı. Bakı 2013. s. 78.
 4. Ələkbərov C.Ə., İsmayılova Ş.İ., Nağıyev X.C., Güllərli G.H., Çıraqov F.M. Vismutun(III) 2,3,4-trihidroksifenilazo-5'-sulfo-naftalin və setilpiridin bromidlə fotometrik təyini.// Ümummilli lider H.Əliyevin anadan olmasının 90-cı ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” VII Respublika elmi konfransının materialları. Bakı 2013. s.36-37.
 5. Нагиев Х.Д., Гаджиева С.Р., Алекберов Дж.А., Абдуллаев Р.А., Чырагов Ф.М. Разнолигандные комплексы висмута(III) с 2,3,4-тригидроксифенил-азо-5'-сульфонафталином в поверхностно-активными веществами. // Третья Всерос. научн. конф. «Успехи синтеза и комплексообразования», посвящ. 55-летию РУДН. 21-25 апр. 2014. Москва 2014. Часть. 2. с.158.
 6. İsmayılova Ş.İ., Ələkbərov C.Ə., Nağıyev X.C., Çıraqov F.M. Dekametoksin iştirakında vismutun(III) 2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-xlorazobenzolla kompleks əmələ gətirməsinin spektrofotometrik tədqiqi.// Ümummilli lider H.Əliyevin anadan olmasının 91-ci ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” VIII Respublika elmi konfransının materialları. Bakı 2014. s.46.
 7. Нагиев Х.Д., Магеррамов А.М., Алекберов Дж.А., Бабаев А.К., Чырагов Ф.М. Спектрофотометрическое исследование разнолигандного комплекса висмута(III) с 2,3,4-тригидроксифенилазо-5'-сульфонаф-талином и цетилпиридиний бромидом. // Азерб. химич. журнал. 2014. №1. с.52-56.
 8. Ələkbərov C.Ə., Nağıyev X.C., Məhərrəmov A.M., Hacıyeva S.R., Çıraqov F.M. Bismutun(III) 2,3,4-trihidroksifenilazo-5'-sulfo-naftalin və setiltrimetilammonium bromidlə spektrofotometrik təyini.// Prof. A.Ə.Verdizadənin anadan olmasının 100 illik yubileyinə həsr olunmuş “Üzvi reagentlər analitik kimyada” II Resp. konf. materialları. Bakı. 2014. s.17-18.
 9. Нагиев Х.Д., Алиева Р.А., Алекберов Дж.А., Чырагов Ф.М., Гюльярли У.А. Спектрофотометрическое определение висмута(III) с

- 2,3,4-тригидрокси-4'-сульфоазобензол.// Завод. лабор. 2015. Т.81., № 2. с.25-27.
10. Nağıyev X.C., Ələkbərov C.Ə., Məhərrəmov A.M., Babayev Ə.Q., Çıraqov F.M. Standart nümunələrdə vismutun spektrofotometrik təyini metodikası.// AMEA-nın məruzələri. 2014, C.LXX, №3. с.52-55.
11. Nağıyev X.C., Ələkbərov C.Ə., Məhərrəmov A.M., Xəlilova F.Q., Çıraqov F.M. Mis əsaslı ərintilərdə vismutun sorbsion-fotometrik təyini. // BU-nun xəbərləri. 2015. №3. s.19-26.
12. Məhərrəmov A.M., Nağıyev X.C., Ələkbərov C.Ə., Hacıyeva S.R., Çıraqov F.M. Vismutun(III) 2,3,4-trihidroksi-4'-sulfoazobenzol və setilpiridin xloridlə fotometrik təyini.// «Koordinasion birləşmələr kimyası» “Analitik kimya” kafedrasının 80 illik yubileyinə həsr olunmuş VI Respublika elmi konfransının materialları. 16-17 dekabr 2015-ci il. Bakı 2015. s.49-51.
13. Ələkbərov C.Ə., Nağıyev X.C., Məmmədova M.F., Babayev Ə.Q. Bismutun(III) 2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-nitroazobenzolla kompleks əmələ gətirməsinə səth-aktiv maddələrin təsiri.// Ümummilli lider H.Əliyevin anadan olmasının 93-cü ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” X Respublika elmi konfransının materialları. Bakı 2016. s.76-77.
14. Ələkbərov C.Ə. Xelatəmələgətirici sintetik sorbentlə vismutun(III) sorbsiyası.// «Koordinasion birləşmələr kimyası» “Analitik kimya” kafedrasının 80 illik yubileyinə həsr olunmuş VI Respublika elmi konfransının materialları. 16-17 dekabr 2015-ci il. Bakı 2015. s.59-60.
15. Məhərrəmov A.M., Hacıyeva S.R., Ələkbərov C.Ə., Bəhmənova F.N., Çıraqov F.M. Bismutun(III) xelatəmələgətirici sorbentlə qatılaşdırılıb ayrılması / Ümummilli lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 92-ci ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” mövzusunda IX Respublika elmi konfransı. Bakı 2015. s. 105-106.
16. Магеррамов А.М., Цинцадзе М.Г., Гаджиева С.Р., Алекберов Дж.А., Бахманова Ф.Н., Чырагов Ф.М. Концентрирование висмута (III) хелатообразующим сорбентом содержащим фрагменты тиомочевины.// Химический журнал Грузии. 2015. Т. 15. №1. с.21-24.

АННОТАЦИЯ

диссертационной работы Алекберова Джейхуна Андахат оглу на тему «Разработка методики сорбционно-фотометрического определения висмута»

Изучено комплексообразование бинарных и разнолигандных комплексов Bi(III) с органическими реагентами, синтезированными на основе пирогаллола, а также исследовано сорбция Bi(III) с сорбентами, содержащими функционально-аналитические группы, синтезированными на основе сополимера малеинового ангидрида-стирола и разработаны новые, чувствительные и избирательные методики его определения в различных по составу природных и промышленных объектах. Бинарные и разнолигандные комплексы Bi(III) исследованы физико-химическими методами анализа. Спектрофотометрическим методом определены спектрофотометрические характеристики комплексов ($\text{pH}_{\text{опт.}}$, $\lambda_{\text{опт.}}$, молярный коэффициент светопоглощения, состав комплексов, интервал подчинения закону Бера, константы устойчивости). Определены оптимальные условия сорбции и десорбции ионов Bi(III) с хелатообразующими сорбентами. Термогравиметрическим методом исследовано температурная устойчивость полихелатов, образованных сорбентами и ионами Bi(III) в сорбционной фазе. Определены оптимальные условия сорбции и десорбции ионов Bi(III) с хелатообразующими сорбентами. Поглощенные ионы Bi(III) десорбируются различными кислотами. С увеличением концентрации кислоты увеличивается степень десорбции. Серная и хлорная кислота обладают наибольшими десорбционными свойствами. Показано, что полученные сорбенты после нескольких циклов (6-8) «сорбции-десорбции» не теряют сорбционные свойства. Разработаны новые фотометрические методики, основанные на комплексообразовании бинарных и разнолигандных комплексов Bi(III) . Разработанные методики применялись для фотометрического определения Bi(III) в свинцовых и медных сплавах, в препарате De-Nol, а также для сорбционно-фотометрического определения Bi(III) в почве и в морской воде. Правильность полученных результатов подтверждалось паспортными показателями и методом добавок.

Annotation
Dissertation work Jeyhun Alakbarov Andahat on the theme
"Development of sorption-photometric determination of bismuth»

The formation of binary and mixedligand complexes of Bi (III) with organic reagents based on pyrohallow are learned. Sorption of Bi (III) with chelating polymeric sorbents containing functional analytical groups that are synthesized on the basis copolymer maleic anhydride-styrene are investigated. For the determination of Bi (III) in the various natural and industrial facilities more sensitive and selective sorbsion-photometric methods are developed. Binary and mixedligand complexes of Bismuth (III) have been studied by means of physical-chemical analysis methods. Through the spectrophotometric method spectrophotometric characteristics (pH_{opt} , opt , molar absorption coefficient, complex composition, interval subordination to the Beer's law, the stability constant) of the complexes have been identified. The optimal sorption and desorption conditions of bismuth ions(III) with chelat forming sorbents have been identified . Heat resistance of sorbents and their polychelats with ions Bismuth (III) formed in a phase of a sorbent is investigated by the thermo gravimetric method of the analysis. Optimum conditions of desorption of the absorbed ions of metals from polymeric sorbents are determined. It should be noted that by increasing the concentration of acids desorption capacity also increases. Desorption capacity of Perchlorate and sulphate acids are better. It is shown that sorbents does not lose the sorption properties after (6-8 cycles)"sorption-desorption" cycles . New photometric methods based on forming binary and mixedligand complexes of bismuth (III) with reagents R_1 - R_4 have been developed. The proposed methods have been applied for photometric determination of bismuth (III) in the lead and copper standard samples, Denol drug vehicles and for sorbsion-photometric determination in the sea water and soil. The accuracy , precision of the results of the method have been verified according to the passport exhaust and additional methods .

Çapa imzalanmışdır: 00.00. 2016

Kağızın formatı: 60x90 1/16

Tiraj: 100 nüsxə

Bakı Universiteti nəşriyyatı

Az 1148, Bakı. Z.Xəlilov 23

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ
АЗЕРБАЙДЖАНСКОЙ РЕСПУБЛИКИ
БАКИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**

На правах рукописи

АЛЕКБЕРОВ ДЖЕЙХУН АНДАХАТ оглу

**РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ СОРБЦИОННО-
ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА**

2301.01 – аналитическая химия

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

диссертации на соискание ученой степени
доктора философии химических наук

Б а к у – 2016