



# Journal of Natural Science

№4  
(2021)

<http://natscience.jspi.uz>



<u>ТАХРИР ХАЙЪАТИ</u>	<u>ТАХРИРИЯТ АЪЗОЛАРИ</u>
<p><b>Бош мухаррир –</b> У.О.Худанов т.ф.н., доц.</p> <p><b>Бош мухаррир ёрдамчиси-Д.К.Мурадова,</b> PhD, доц.</p> <p><b>Масъул котиб-</b> Д.К.Мурадова</p>	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Худанов У – Табиий фанлар факултети декани, т.ф.н., доц.</li><li>2. Шылова О.А.-д.х.н., профессор Института химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук (ИХС РАН)</li><li>3. Кодиров Т- к.ф.д, профессор</li><li>4. Абдурахмонов Э – к.ф.д., профессор</li><li>5. Султонов М-к.ф.д, доц</li><li>6. Яхшиева З- к.ф.д, проф.в.б.</li><li>7. Рахмонкулов У-б.ф.д., проф.</li><li>8. Хакимов К –г.ф.н., доц.</li><li>9. Азимова Д- б.ф.н.</li><li>10. Мавлонов Х- б.ф.д., доц</li><li>11. Юнусова Зебо – к.ф.н., доц.</li><li>12. Гудалов М- фалсафа фанлари доктори (география фанлари бўйича) (PhD)</li><li>13. Мухаммедов О- г.ф.н., доц</li><li>14. Хамраева Н- фалсафа фанлари доктори (биология фанлари бўйича) (PhD)</li><li>15. Рашидова К- фалсафа фанлари доктори (кимё бўйича) (PhD), доц</li><li>16. Мурадова Д- фалсафа фанлари доктори (кимё фанлари бўйича) (PhD), доц</li></ol>
<p><b>Муассис-Жиззах давлат педагогика институти</b></p>	
<p>Журнал 4 марта чикарилади (хар чоракда)</p>	
<p>Журналда чоп этилган маълумотлар аниқлиги ва тўғрилиги учун муаллифлар масъул</p>	
<p>Журналдан кўчириб босилганда манбаа аниқ кўрсатилиши шарт</p>	

Жиззах давлат педагогика институти Табиий фанлар факултети

Табиий фанлар-Journal of Natural Science-электрон журнали

[/http://www.natscience.jspi.uz](http://www.natscience.jspi.uz)

**АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ИОНОВ  
ВОЛЬФРАМА N', N'-ДИМЕТИЛГИДРАЗИДОМ**

*Яхшиева З.З., Бакахонов А.А.*

Джиззакский государственный педагогический институт

**Аннотация.** Показана возможность использования N', N'-диметилгидразида в качестве реагента для определения ионов вольфрама. Предложенные методики применены к анализу бинарных, тройных и более сложных модельных смесей, имитирующих промышленные материалы и природные объекты, а также оптимизированы условия амперометрического титрования иона вольфрама на различных по кислотно-основным свойствам фоновых электролитах и буферных смесях. Во всех случаях полученные результаты обработаны приемами и процедурами, известными в литературе и оценены метрологически.

**Ключевые слова:** вольфрам, N', N'-диметилгидразидамин, техногенные объекты, избирательность, амперометрия, электропроводность, чувствительность, экспрессность, титрование.

Содержание вольфрама в земной коре по массе составляет около  $1,3 \cdot 10^{-4}\%$ . Основное применение вольфрама - это роль основы в тугоплавких материалах в металлургии. Вольфрам используется в производстве машин и оборудования металлообрабатывающей, строительной и горнодобывающей промышленности, при изготовлении светильников и ламп, в транспорте и электронной индустрии, в химической промышленности и прочих сферах[1]. Всевозрастающие потребности промышленности в вольфраме отличающегося от всех других металлов необычной твердостью, тяжестью и тугоплавкостью делают актуальной проблему анализа объектов окружающей среды с микросодержанием этого металла. Это в свою очередь требует разработки новой методики определения вольфрама с лучшими метрологическими характеристиками и аналитическими параметрами. Наряду с экспрессностью определения и важнейшим требованием, предъявляемым к анализу различных по природе материалов, является точность, правильность и воспроизводимость. [2].

При определении микро- и следовых концентраций вольфрама N', N'-диметилгидразидамином получены кривые титрования в кислых средах (рН 2,8). Было изучено влияние потенциала, подаваемого на индикаторные электроды (0,6-1,0 В), на форму кривых и результаты амперометрического титрования вольфрама органическим реагентом N', N'-диметилгидразидамин.

Установлено, что оптимальные по форме кривые и лучшие результаты титрования наблюдаются при разности потенциалов ( $\Delta E=0,95$  В) на индикаторном электроде с нижней границей определяемых содержаний вольфрама равной 15 мкг в 10 мл исследуемого раствора. Разработанная амперометрическая методика определения вольфрама N', N'-диметилгидразидамином оценена метрологически. Во всех случаях относительное стандартное отклонение (Sr) не более 0,33.

Цель проведённой работы – установление возможности и подбор оптимальных условий амперометрического титрования вольфрама реагентом N', N'-диметилгидразидамина в неводных средах по току окисления реагента и восстановления определяемого иона вольфрама.

**Методика определения вольфрама реагентом N', N'-диметилгидразидамин.** Исходный раствор (1 мг/мл) W(VI) готовили растворением в воде точной навески  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ч.д.а. Затем, поместив в коническую колбу емкостью 250 мл, приливая 30—40 мл конц. HCl и при периодическом перемешивании нагревали 1—3 часа при 60—70° (можно и при слабом кипячении), с доведением объемов полученных растворов бидистиллированной водой до метки в колбах (250 мл).

Универсальную буферную смесь с необходимыми значениями pH готовили смешиванием 0,06 М растворов фосфорной, уксусной и борной кислот в 0,2 М NaOH [2].

0,1 М раствор N', N'-диметилгидразидамина, готовили разбавлением в 96% этиловом спирте. Для титрования раствором N', N'-диметилгидразидамина пользовались поршневой микробюреткой (2,0 мл), которая позволяет дозировать титрант с точностью до 0,001 мл.

Ионную силу растворов поддерживали постоянной ( $\mu = 0,1$ ) введением рассчитанного количества KCl. Для создания необходимой кислотности растворов.

Опыты показали, что 0,005- 0,1 М раствор N', N'-диметилгидразидамина практически не изменяют своего титра (при условии их хранения в темноте и на холоду) в течение 10-15 сут.

**Используемые приборы и растворы.** Для оптимизации условий титрования вольфрама были установлены pH среды с помощью иономера универсального ЭВ-74 и pH-метра pH/mV/TEMP Meter P 25 EcoMet корейского производства.

Все применяемые реактивы имели квалификации «ос.ч.», «х.ч.» и «ч.д.а.». Стандартные растворы вольфрама а также других металлов с

концентрацией  $1,0 \text{ мг/дм}^3$  готовили растворением навесок их солей в бидистиллированной воде и соответствующих кислотах. Рабочие же (слабые) растворы используемых металлов получали последовательным разбавлением их исходных крепких растворов перед началом проведения эксперимента [3].

Одно из преимуществ вольтамперометрии ее доступность и определение малых количеств определяемого иона металла. Большинство современных методик определения палладия включает стадию разложения пробы; это обусловлено как особенностями приборов, используемых для определения, так и необходимостью обеспечения представительности пробы. При определении микроколичеств вольфрама, в том числе в растворах сложного состава, полученных после разложения руд, необходимо предварительное концентрирование. Для этого чаще всего используют экстракционные сорбционные методы в сочетании с электрохимическими методами. Весьма перспективно динамическое сорбционное концентрирование, не требующее разделения фаз и позволяющее достигать высоких коэффициентов концентрирования за минимальное время [4-6].

Нашей задачей было нахождение оптимальных условий для амперометрического определения вольфрама реагентом  $\text{N}'$ ,  $\text{N}'$ -диметилгидразидамина, при электрохимическом титровании а также использовании его в качестве чувствительного и достаточно избирательного реагента для амперометрического определения [5-16].

Оптимальными условиями проведения амперометрического титрования при подборе оптимальной концентрации фона в исследуемом растворе при проведении амперометрического титрования ионов вольфрама следует считать  $\text{pH}=2,8$  с концентрацией буфера от  $0,1$  до  $0,3\text{M}$  и концентрацией реагента  $1 \cdot 10^{-4}\text{M}$ .

Определенные мольные отношения (2:1) в комплексе вольфрама с  $\text{N}'$ ,  $\text{N}'$ -диметилгидразидамином подтверждены нами квантово химическими расчетами, а также при амперометрическом титровании. По полученным кривым титрования наблюдаются четкие кривые, свидетельствующие о правильности и воспроизводимости разработанных методик, где соотношение металл-реагент 2:1.

При изучении влияния посторонних катионов и мешающих определению анионов были выбраны ионы широко встречающихся в природе, сплавах, рудах и производственных материалах вместе с вольфрамом. Некоторые из полученных результатов по установлению предельно допустимых содержаний посторонних катионов и анионов, не оказывающих мешающего влияния на определение вольфрама показало, что большие

количества щелочных, щелочноземельных элементов, PЗЭ, F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> и C<sub>2</sub>O<sub>2</sub><sup>-4</sup> не мешают определению вольфрама. Избирательность определения существенно увеличивается в присутствии маскирующих веществ. Мешающее влияние Fe(III) и Ti(IV) устраняли аскорбиновой кислотой, Cu(II) — тиомочевинной, а Nb(V) — оксалат-ионом. При использовании 0,01М раствора ЭДТА определению не мешают Ti(IV), V(IV), Nb(V), Ta(V) и Fe(III).

Экспериментальные результаты при оптимизации условий титрования ионов вольфрама в их индивидуальных растворах, послужили основой его определения в их бинарных и более сложных сочетаниях.

Таблица

**Результаты амперометрического титрования ионов вольфрама раствором N', N'-диметилгидразидамино**

Состав анализируемой смеси, мкг	Найдено Me, мкг (P=0,95; $\bar{x} \pm \Delta X$ )	n	S	S <sub>r</sub>
W (4,97) + Mo (7,32)	4,79 ± 0,96	4	0,60	0,011
W (21,34) + Co (92,31)+ Cd (45,53)	21,20 ± 2,31	4	0,93	0,044
W (9,81) + Pb (130,12)+ Bi (17,59) + +Ca (203,50)	9,73 ± 0,36	5	1,04	0,041
W(54,97) + Ni(37,58) + Au(55,48) + +In(3,05) + Tl(1,97)	55,68±0,88	5	0,31	0,013
W (15,66) + Zn (13,00)+Ni (29,34)+ +Ag (26,10) + Cd (102,30)	15,51 ± 0,16	5	0,51	0,017

В соответствии с данными таблиц амперометрический метод титрования позволяет получать достаточно правильные результаты при высокой воспроизводимости и небольшой погрешности. Проверка по t<sub>0,95</sub> статистикам не отвергла ни в одном случае гипотезу о незначимости между аттестованными и найденными значениями. По разности значений расхода титранта в т.э. двух и более металлов находят содержание всех компонентов в смеси.

**Заключение.** На основании проведенных исследований и полученных при этом результатов можно заключить, что амперометрическое титрование ионов вольфрама раствором N', N'-диметилгидразидамина вполне возможна, так как при оптимизации условий титрования были достигнуты высокие метрологические характеристики и установлено, что для эффективного повышения избирательности разработанного амперометрического метода

можно успешно пользоваться варьированием не только кислотности исследуемой среды (фоновые электролиты), но также природы применяемых протолитических и инертных растворителей используемых реагентов, а также комплексообразующих соединений и анионов.

Следовательно, амперометрическое титрование вольфрама реагентом N', N'-диметилгидразидамин при правильно подобранных оптимальных условиях является наиболее чувствительным и достаточно избирательным реагентом для амперометрического определения вольфрама.

#### **Литература:**

1. Химическая энциклопедия.-М.: Большая Российская энциклопедия. 1992. Т-3. С.1127.
2. Лурье Ю.Ю.. Справочник по аналитической химии.-М.:Химия.1979 С.230
3. Коренман Я.И. Практикум по аналитической химии. Электрохимические методы анализа. - М.: Колос. 2005.С. 232.
4. Яхшиева З.З., Бакахонов А.А, Калонов Р.М. Амперометрическое титрование ионов W (VI), Sn (IV) и Sb (V) в неводных и смешанных средах// Universum: Химия и биология. Москва.2020. №4. С.-33-37.
5. Yakhshiyeva Z.Z., Bakaxonov A.A., Kalonov R.M. Hybrid Extrction-Amperometric Determination Of W(VI) and Sb(III) // Journal of critical reviews ISSN-2394-5125 VOL7, Issue 13, 2020
6. А.М.Геворгян, З.З.Яхшиева, Л.К.Жураева, Г.У.Рахимбердиева. Определение числа электронов, отдаваемых при электроокислении одной молекулы тиомочевины. // Республиканская научно-практическая конференция с международным участием «Зеленая химия» - в интересах устойчивого развития. Самарканд. -2012.
7. Yakhshieva Z The conditions for amperometric titration of the Ag (I) ion with sulfur-containing reagents. // Universia Chemistry and Biology. Electronic scientific journal. - 2016. №4 (22).
8. Yakhshieva Z. Amperometric determination of some metals sulfur-containing organic reagents in non-aqueous, and mixed aqueous media. // Austrian Journal of Technical and Natural Science. Austria. -2015. -№ 5-6. -P. 151-154.
9. Геворгян А.М., Яхшиева З.З. Использование тиоацетамида в его различных таутомерных формах при комплексообразовании с Pt (IV), Pd (II) и Au (III). // Хим. и химич. технология. - Ташкент. - 2012. №1. - С. 48-49.
- 10.7. Yakhshiyeva Z.Z Bakaxonov A Muyassarova K.I Amperometric determination of tungsten and antimony with a solution of naphthol derivatives Epra International Journal of Research Development 5-5 son May 2020 (B-478-480)

11. Yaxshiyeva Z.Z., Kalonov R.M., Muyassarova K. Электрохимические методы определения олова (II) в олова (IV) “SCIENCE AND EDUCATION” SCIENTIFIC JOURNAL VOLUME #1 ISSUE #1 ISSN 2181-0842 april-2020 B-111-117
12. Яхшиева З.З., Калонов Р.М. Амперометрическое титрование Bi (III) раствором диэтилтиокарбомата в смешанной среде. // Ilmiy axborotnoma Samarqand-2020 №1 (119). B-36-41.
13. Yaxshiyeva Z.Z., Kalonov R.M., Muyassarova K.I. Xudoyberdiyeva U.E Aspects of applicability of diethyldithiocarbamate salts in antimony titration // Austrian journal of technical and natural Sciences 2020 3-4 son (B-55-58)
14. Yaxshiyeva Z.Z., Kalonov R.M., Abdurahmonov B. Application Of Oxyuazo Compounds In The Definition Of The Ion Bi (V) // Evropean Journal Of Molecular \* Clinical medicine 2020
15. Яхшиева З.З., Бакахонов А.А, Калонов Р.М. Диазосоединения как реагенты для отделения и определения молибдена и висмута // International Journal of Research 2020.May № 7. C.24-27.
16. Smanova Z., Yahshiyeva Z., Juraev I., Mirzahmedov R. Using azoreagenta in determining the platinum ions / European research: Innovation in science, education and technology XIX international scientific and practical conference. London. № 8 (19). 2016. P.26.