

7universum.com

UNIVERSUM:
ХИМИЯ И БИОЛОГИЯ

**UNIVERSUM:
ХИМИЯ И БИОЛОГИЯ**

Научный журнал
Издается ежемесячно с ноября 2013 года
Является печатной версией сетевого журнала
Universum: химия и биология

Выпуск: 6(72)

Июнь 2020

Москва
2020

УДК 54+57
ББК 24+28
U55

Главный редактор:

Ларионов Максим Викторович, д-р биол. наук;

Члены редакционной коллегии:

Аронбаев Сергей Дмитриевич, д-р хим. наук;

Безрядин Сергей Геннадьевич, канд. хим. наук;

Борисов Иван Михайлович, д-р хим. наук;

Винокурова Наталья Владимировна – канд. биол. наук;

Гусев Николай Федорович, д-р биол. наук;

Ердаков Лев Николаевич, д-р биол. наук;

Козьминых Владислав Олегович, д-р хим. наук;

Козьминых Елена Николаевна, канд. хим. наук, д-р фарм. наук;

Кунавина Елена Александровна, канд. хим. наук;

Левенец Татьяна Васильевна, канд. хим. наук;

Муковоз Пётр Петрович, канд. хим. наук;

Саттаров Венер Нуруллович, д-р биол. наук;

Сулеймен Ерлан Мэлсулы, канд. хим. наук, PhD;

Ткачева Татьяна Александровна, канд. хим. наук;

Харченко Виктория Евгеньевна, канд. биол. наук;

U55 Universum: химия и биология: научный журнал. – № 6(72). М., Изд. «МЦНО», 2020. – 112 с. – Электрон. версия печ. публ. – <http://7universum.com/ru/nature/archive/category/6-72>

ISSN : 2311-5459

DOI: 10.32743/UniChem.2020.72.6

Учредитель и издатель: ООО «МЦНО»

ББК 24+28

© ООО «МЦНО», 2020 г.

Содержание	
Биологические науки	6
Общая биология	6
Биологические ресурсы	6
ОСОБЕННОСТИ ОБРАБОТКИ ОЗОНОМ НЕКОТОРЫХ ВИДОВ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ ДЛЯ ИХ ДОЛГОСРОЧНОГО ХРАНЕНИЯ	6
Назирова Рахнамохон Мухтаровна Курбанова Умида Саётбековна Усмонов Нодиржон Ботиралиевич	
Ботаника	10
К ВОПРОСУ ОБ ИЗУЧЕННОСТИ АЛЬГОФЛОРЫ РИСОВЫХ ПОЛЕЙ ЦЕНТРАЛЬНОЙ АЗИИ	10
Исраилова Гулбарчин Салимовна	
Генетика	14
КАРИОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ЕЛИ ТЯН-ШАНЬСКОЙ (<i>Picea schrenkiana</i> subsp. <i>Tianschanica</i>) В УСЛОВИЯХ АНТРОПОГЕННОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ г. БИШКЕК.	14
Качыбекова Айсулуу Качыбековна Чекиров Кадырбай Бекбалаевич	
Экология (по отраслям)	19
ГЕРБИЦИДНАЯ, РОСТСТимулирующая и фунгицидная АКТИВНОСТИ НЕКОТОРЫХ ЦИАНЭТИЛЬНЫХ И АМИДОМЕТИЛЬНЫХ ПРОИЗВОДНЫХ БЕНЗИМИДАЗОЛОВ, БЕНЗОТИАЗОЛОВ И БЕНЗОПИРИМИДИНА	19
Олимова Манзура Илхомовна Закирова Рано Пулатовна Элмуродов Бурхан Жураевич	
Физико-химическая биология	23
Биотехнология (в том числе бионанотехнологии)	23
БИОТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ БИОМАССЫ МИКРОМИЦЕТОВ И ПРИГОТОВЛЕНИЕ ВЫСОКОБЕЛКОВЫХ КОМБИКОРМОВ ИЗ РАСТИТЕЛЬНЫХ ОСТАТКОВ	23
Мухаммадиев Бахтиёр Курбанмуратович Муминова Раъно Далабаевна Ахмедова Захро Рахматовна	
ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОБИОЛОГИЧЕСКОГО МЕТОДА СНИЖЕНИЯ ВЯЗКОСТИ НЕФТИ	28
Шакирзянова Рузиля Альфредовна Васильева Татьяна Ивановна	
Химические науки	33
Аналитическая химия	33
АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ ИОНОВ W(VI) , Sn(IV) и Sb(III) В НЕВОДНЫХ И СМЕШАННЫХ СРЕДАХ	33
Яхшиева Зухра Зиятовна Бакахонов Анвар Ақобирович Калонов Рустам Мамадиерович	
Биоорганическая химия	38
ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ РАЗЛИЧНЫХ СТОЛОВЫХ СОРТОВ ВИНОГРАДА ФЕРГАНСКОЙ ДОЛИНЫ РЕСПУБЛИКЕ УЗБЕКИСТАН	38
Азизов Ақтам Шарипович Юсупов Нурали Шералиевич	
Высокомолекулярные соединения	41
ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА ГИДРОФОБНОГО ТЕКСТИЛЬНОГО МАТЕРИАЛА	41
Набиев Набижон Донъёрович Абдусаматова Дилфуза Озотовна Джалилов Шухрат Суратович Рафиков Адхам Салимович	

Коллоидная химия	48
ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ НА ТЕПЛОТУ СМАЧИВАНИЯ И НАБУХАНИЯ ДУШИЦЫ МЕЛКОЦВЕТКОВОЙ (<i>ORIGANUM TITTANTHUM</i>)	48
Аминов Собир Нигматович	
Авезов Хасан Тиллаевич	
Ахмадова Дилноза Ашраф кизи	
Жалилов Шерали Некбоевич	
ИНТЕРКАЛИРОВАННЫЕ СИСТЕМЫ В КАЧЕСТВЕ АДСОРБЕНТОВ	52
Уташев Ёлкин Ишназарович	
Абдикамалова Азиза Бахтияровна	
Эшметов Иззат Дусимбатович	
ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЕ ТЕПЛОТЫ АДСОРБЦИИ ПАРОВ БЕНЗОЛА В ЦЕОЛИТЕ LiLSX	60
Абдурахмонов Элдор Баратович	
Рахматқариева Фируза Гайратовна	
Якубов Йулдош Юсупбаевич	
Абдулхаев Толибжон Долимжонович	
Худайберганов Мансур Сабурович	
Неорганическая химия	64
ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ НОВЫХ КОМПЛЕКСНЫХ ФОСФОРНЫХ УДОБРЕНИЙ	64
Сотиболдиев Бекзод Сулаймон угли	
Хошимханова Мухайё Абраловна	
Дехканов Зулфикахар Киргизбаевич	
Арипов Хайруллахан Шукурулаевич	
СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ ИК- СПЕКТРОСКОПИИ И КВАНТОВОЙ ХИМИИ -6-(2,4-ДИНИТРОФЕНИЛ) ГИДРАЗОН-1,3,5-ТРИАЗИНАН-2,4-ДИОНА	68
Ганиев Бахтиёр Шукуруллаевич	
Холикова Гуляйра Кулдошевна	
Салимов Фуркат Гайрат угли	
ИЗОТЕРМА, ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЕ ТЕПЛОТЫ И ЭНТРОПИЯ АДСОРБЦИИ МЕТАНОЛА НА ЦЕОЛИТА HZSM-5	74
Якубов Йулдош Юсупбоевич	
Нефтехимия	78
СПОСОБЫ УЛУЧШЕНИЯ ВЯЗКОСТИ ВЫСОКОПАРАФИНИСТЫХ НЕФТЕЙ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИХ ТРАНСПОРТИРОВКИ	78
Ялгашев Элмурод Яхшибаевич	
Салихова Озода Абдуллаевна	
Умарова Муаттар Бахтияровна	
Органическая химия	81
СВЯЗУЮЩЕЕ ДЛЯ УГОЛЬНОГО БРИКЕТА И ВЛИЯНИЕ ЕГО НА ДИСПЕРСНЫЙ СОСТАВ	81
Хакимов Акмалжон Ахмедович	
Вохидова Насиба Хабибулло қизи	
АМИДИРОВАНИЕ СТЕАРИНОВОЙ И ПАЛЬМИТИНОВОЙ КИСЛОТ ВЫДЕЛЕННЫХ ИЗ ХЛОПКОВОГО МАСЛА	85
Ширинов Гайрат Кодирович	
Ашуров Жамшид Менгнорович	
Ибрагимов Бахтияр Туляганович	
Физическая химия	89
НЕТЕПЛОВЫЕ МЕХАНИЗМЫ ДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ПОЛЯ (ЭМП) НИЗКИХ ЧАСТОТ (НЧ) НА РАСТИТЕЛЬНОЕ СЫРЬЕ	89
Мухамадиев Баходир Темурович	
Шарипова Насиба Уктамовна	
ПРОТИВОТОЧНЫЙ МЕТОД ОЧИСТКИ ВОД ПРИАРАЛЬЯ	92
Троров Хамза Турсунович	
Турсунова Гулноза Хамзаевна	
Ферапонтов Николай Борисович	
Акбаров Хамдам Икрамович	

РЕНТГЕНОФАЗОВОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ КОМПЛЕКСНЫХ БИОМИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ Хонкелдиева Мухаббат Тургуновна Джуманиязова Гульнара Исмаиловна Иулбарсова Машхурахон Вахобовна Арипов Тахир Фатыхович	98
АДСОРБЦИЯ БЕНЗОЛА ГИБРИДНЫМИ НАНОКОМПОЗИЦИЯМИ ХИТОЗАН-КРЕМНЕЗЕМА Яркулов Ахрор Юлдашевич Умаров Бахром Сманович Мухамедов Нурходжа Рамазанович Рахматкариева Феруза Гайратовна Мирзаахмедов Шарафитдин Яшинович Бозоров Сойибжон Содикжонович Акбаров Хамдам Икрамович	103
АДСОРБЦИЯ ВОДЫ ГИБРИДНЫМИ НАНОКОМПОЗИЦИЯМИ ХИТОЗАН-КРЕМНЕЗЕМ Яркулов Ахрор Юлдашевич Умаров Бахром Сманович Мухамедов Нурходжа Рамазанович Рахматкариева Феруза Гайратовна Мирзаахмедов Шарафитдин Яшинович Бозоров Сойибжон Содикжонович Акбаров Хамдам Икрамович	108

ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ ИОНОВ W(VI), Sn(IV) И Sb(III) В НЕВОДНЫХ И СМЕШАННЫХ СРЕДАХ

Яхшиева Зухра Зиятовна*д-р хим. наук, профессор, Джизакский государственный педагогический институт,
Узбекистан, г. Джизак***Бакахонов Анвар Акобирович***докторант, Джизакский государственный педагогический институт,
Узбекистан, г. Джизак***Калонов Рустам Мамадиевич***преподаватель, Джизакский государственный педагогический институт,
Узбекистан, г. Джизак
E-mail: vaxshiveva67@mail.ru*AMPEROMETRIC TITRATION OF IONS W(VI), Sn(IV) AND Sb(III)
IN NON-AQUEOUS AND MIXED MEDIAS**Zukhra Yakhshieva***Doctor of Chemical Sciences, Professor, Jizzakh State Pedagogical Institute,
Uzbekistan, Dzhizak***Anvar Bakakhonov***doctoral candidate, Jizzakh State Pedagogical Institute,
Uzbekistan, Dzhizak***Rustam Kalonov***teacher, Jizzakh State Pedagogical Institute,
Uzbekistan, Dzhizak*

АННОТАЦИЯ

В статье представлены результаты эксперимента по оптимизации условий амперометрического титрования W(VI), Sn(IV) и Sb(III) растворами 4-метоксифенилкарбоксиметилдиэтилдитиокарбамата и фенолкарбоксиметилдифенилтиокарбазона в широких диапазонах их концентраций и оптимизация условий титрования на различных по кислотно-основным свойствам буферных смесях и фоновых электролитах таких как: ацетата калия, нитрата и перхлората лития. В ходе эксперимента было выявлено, что скорость титрования ионов металлов возрастает в ряду: вода < n-пропанол < диметилформамид < уксусная кислота. При этом в уксусной кислоте область плавного искривления между ветвями кривых титрования дает четкую и хорошо выраженную анодную волну с потенциалом полуволны в диапазоне 0,50-1,0 В в зависимости от кислотности используемой среды.

В работе также приведены результаты влияния величины внешнего напряжения на амперометрическое титрование, где напряжение на платиновых электродах поддерживалось в пределах 0,55-0,90 В. Приводится статистическая оценка точности разработанных методик, показывая, что значения относительного стандартного отклонения не превышают 0,055.

ABSTRACT

The article presents the results of an experiment on optimizing the amperometric titration conditions of W (VI), Sn (IV) and Sb (III), with solutions of 4-methoxyphenyl carboxymethyl diethyl dithiocarbamate and phenyl carboxymethyl diphenylthiocarbazone in wide ranges of its concentrations and optimizing the titration conditions for the basic properties of various basic buffer properties mixtures and background electrolytes such as: potassium acetate, nitrate and lithium

sulphate. During the experiment, it was found that the titration rate of metal ions increases in the series: water <n-propanol <dimethylformamide <acetic acid. Moreover, in acetic acid, the region of smooth curvature between the branches of the titration curves gives a clear and well-pronounced anode wave with a half-wave potential in the range 0.50-1.0 V, depending on the acidity of the medium used.

The paper also presents the results of the impact of process variable *vneshnego napryazheniya* nA amperometric titration where *napryazhenie* nA platinovykh elektrodah podderzhiyaloc in predelakh 0,55-0,90 V. We present statisticheskaya otsenka tochnosti razrabotannykh metodik, pokazvshaya that values otnocitel'nogo standartnogo ot-kloneniya not exceed 0,055.

Ключевые слова: амперометрическое титрование, ионы молибдена, олова, сурьмы, 4-метоксифенилкарбоксиметилдиэтилдитиокарбамат, фенилкарбоксиметилдифенилтиокарбазон.

Keywords: amperometric titration, molybdenum, tin, antimony ions, 4-methoxyphenylcarboxymethyldiethyldithio-carbamate, phenylcarboxymethyl-diphenylthiocarbazone.

Введение

Интенсивное развитие и широкое применение амперометрических методов титрования обусловлены высокими точностными показателями, чувствительностью, селективностью и экспрессностью, позволяющих успешно и быстро решать задачи аналитического контроля (мониторинга) технологических процессов, объектов окружающей среды, биологических продуктов, клинических материалов, санитарных средств и многочисленных промышленных объектов. Кроме того, методы амперометрического титрования обладают простотой аппаратного и методического оформления, сравнительной быстротой выполнения и малой стоимостью анализа [1], а также относятся к фармакопейным методам анализа в медицине. Этот метод широко используется для определения, как ионов металлов, так и различных органических соединений.

Следует отметить, что использованные нами органические реагенты семейства тиокарбазонов, синтезированные на кафедре аналитической и органической химии химического факультета Национального университета Узбекистана, раскрыты далеко не полностью, и поэтому нами проведены работы с целью уменьшения экономических затрат при амперометрическом определении Sn(IV), Sb(III) и W(VI), поскольку новые реагенты должны быть доступны и удовлетворять требованиям: характеризоваться низкой растворимостью в воде и хорошей – в полярных и малополярных растворителях, обладать малой токсичностью, низкой летучестью, высокой химической устойчивостью [2-4].

И поэтому основной целью нашего исследования является применение 4-метоксифенилкарбоксиметилдиэтилдитиокарбамата и фенилкарбоксиметилдифенилтиокарбазона а также разработка на их основе и выбор рациональной методики определения этих металлов в природных и техногенных объектах.

Экспериментальная часть

Используемые приборы и растворы. Для оптимизации условий титрования Sn(IV), Sb(III) и W(VI) были установлены pH среды с помощью иономера универсального ЭВ-74 и pH-метра pH/mV/TEMP Meter P 25 EcoMet. Вольтамперограммы снимали с использованием трех-электродной ячейки на полярографах ППТ-1 и ПУ-1.

Стандартные растворы Sn(IV), Sb(III) и W(VI) с концентрацией 1,0 мг/мл готовили растворением навесок их солей в бидистиллированной воде и соответствующих кислот.

0,1 М раствор 4-метоксифенилкарбоксиметилдиэтилдитиокарбамата (4-МОФКМ-ДДТК) и 0,1 М раствор фенилкарбоксиметилдифенилтиокарбазона (ФКМ-ДТЗ), готовили растворением (1,9 г и 2,03 г) навески свежее-рекристаллизованного и высушенного препарата в 96 % C₂H₅OH.

Измерения выполняли при 20±1°C. Растворы с меньшей концентрацией готовили ежедневно соответствующим разбавлением исходных растворов бидистиллятом в мерной колбе (250 мл) [5-8].

Результаты и их обсуждение

Исследования амперометрического титрования (АТ) ионов Sn(IV), Sb(III), W(VI) растворами МОФКМ-ДДТК-4 и ФКМ-ДТЗ в протолитических средах (уксусная кислота, н-пропанол, диметилсульфоксид (ДМСО), диметилформамид (ДМФА)) и их смесях с некоторыми инертными растворителями проводилось для определения комплексобразования. Поскольку эти реагенты используются впервые, в качестве титрантов для определения Sn(IV), Sb(III), W(VI) методом амперометрического титрования и, учитывая их принадлежность к классу карбоновых кислот, содержащих атомы серы и азота, в качестве среды растворителя мы использовали уксусную кислоту, также относящуюся к карбоновым кислотам, и ее смеси с хлороформом, четыреххлористым углеродом.

В качестве среды также был использован н-пропанол и его смеси с бензолом и хлороформом.

Омическое сопротивление раствора зависит от концентрации фонового электролита (ацетата калия, нитрата и перхлората лития) и поэтому чем ниже концентрация фонового электролита, тем увеличивается омическое сопротивление исследуемого раствора, что приводит к спаду омического сопротивления титруемого раствора. Кривая АТ в таком случае будет иметь резко изгибающуюся к оси объемов ветвь и графический способ нахождения точки эквивалентности (т.э.) станет невозможным.

С другой стороны, высокая концентрация фонового электролита также нежелательна, так как при этом под влиянием высокой ионной силы

раствора эффективная константа устойчивости (ЭКУ) комплексов металлов может существенно уменьшаться и возрастет интервал плавной изогнутости на кривой титрования, что повлечет за собой снижение точности оценки расхода титранта в т.э. Таким образом, должна существовать оптимальная и предельно допустимая концентрация фонового электролита, при которой кривая титрования будет иметь правильную хорошо воспроизводимую форму [9, 10].

Для нахождения такой оптимальной концентрации фонового электролита растворами 4-МОФКМ-ДДТК и ФКМ-ДТЗ были проведены титрования ионов Sn(IV), Sb(III), W(VI) в протолитических средах. На рис.1. приведены кривые титрования W(VI) раствором ФКМ-ДТЗ в присутствии различных концентраций ацетата калия в смеси уксусной кислоты.

Из рисунка видно, что в присутствии малых содержаний ацетата калия кривые получаются весьма нечеткими с пологими и сильно искривленными в сторону оси объемов правыми ветвями, что объясняется влиянием высокого омического сопротивления титруемого раствора. С увеличением же концентрации фонового электролита правые ветви кривых становятся прямыми на все большем протяжении и более круто наклоненными к оси объемов.

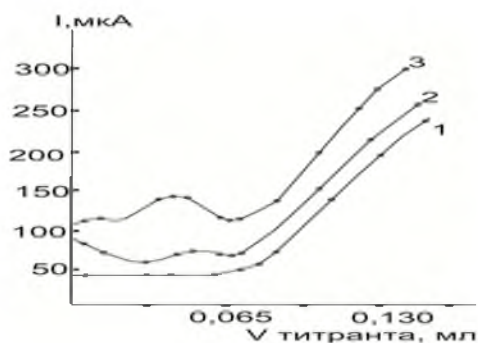


Рисунок 1. Титрование W(VI) раствором ФКМ-ДТЗ в присутствии различных концентраций ацетата калия в смеси уксусной кислоты ($\Delta E=0,85$ В).

Концентрация ацетата калия, моль/л:
1 - 0,10; 2 - 0,25; 3 - 0,35.

Особенно этот эффект проявляется в случае смешанных растворителей. Для уксусной кислоты заметное снижение наклона правой ветви наблюдается при более низких концентрациях ацетата калия, чем это имеет место в ее смеси с инертным растворителем. Такое различие объясняется гораздо более высокой электропроводностью титруемых растворов в уксусной кислоте.

Вместе с увеличением крутизны правой ветви кривой и длины ее прямолинейной части с увеличением концентрации ацетата калия до 0,35 М сокращается интервал плавного искривления между ветвями кривой АТ, что объясняется снижением

кислотности титруемого раствора при постепенном повышении концентрации ацетата калия. Однако, затем при дальнейшем увеличении его концентрации (более 0,35 М) область ветви кривой, напротив, начинает все более расширяться, что свидетельствует об уменьшении ЭКУ образующегося комплексона металла под влиянием непрерывно растущей ионной силы титруемого раствора.

Достаточно хорошо и с такой же скоростью протекает титрование Sb(III) и на фоне 0,15 М по нитрату лития, но на перхлорате лития оно протекает заметно медленнее. Обнаруженный факт объясняется тем, что анодная волна ФКМ-ДТЗ на перхлорате лития заметно сдвинута в сторону более положительных потенциалов по сравнению с волнами, получаемыми на ацетатном и нитратном фонах. Если проводить титрование при более положительных значениях напряжения (более 0,7 В) правая ветвь кривой становится прямолинейной. В этом случае расход титранта в КТТ как и на любом из изученных фоновых электролитов также соответствует образованию комплексона Sb(III) раствором ФКМ-ДТЗ состава 1:3.

При изучении влияния величины внешнего напряжения на АТ W(VI) в качестве фоновых электролитов в исследуемые растворы вводились 0,1-0,3 М ацетаты калия и аммония. Напряжение на платиновых электродах поддерживалось в пределах 0,55-0,80 В. (рис.2.).

Подобная форма кривой объясняется тем, что до т.э. ток возникает за счет одновременного восстановления W(VI) на катоде и окисления растворителя на аноде (первый процесс может протекать с достаточно высокой скоростью при потенциале 0,15 В, а второй - при 0,4 В). За т.э. индикаторный ток обусловлен окислением на аноде ФКМ-ДТЗ и одновременным восстановлением кислорода на катоде, при этом образуется комплекс стехиометрического соотношения Me : Реагент = 1:6.

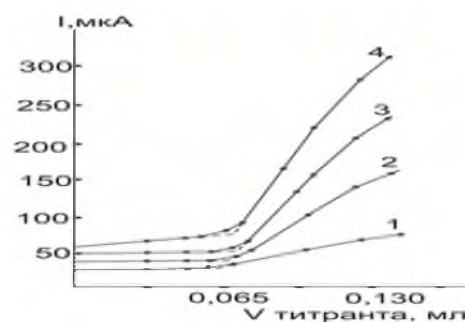


Рисунок 2. Кривые амперометрического титрования W(VI) раствором ФКМ-ДТЗ на фоне 0,25 М по ацетату калия в н-пропанол при различных напряжениях.

Напряжение, В:
1-0,20; 2- 0,40; 3 - 0,60; 4 - 0,80.

В водных средах и безводной уксусной кислоте кривые АТ W(VI) раствором ФКМ-ДТЗ имеют совершенно иную форму. Обнаруженный факт объясняется тем, что вода и уксусная кислота в отличие

от *n*-пропанола не окисляются при потенциалах, достаточных для начала окисления ФКМ-ДТЗ.

Принимая во внимание установленное вольтамперное поведение всех компонентов реакции образования комплексоната W(VI) в исследуемом растворе, можно заключить, что АТ W(VI) растворами ФКМ-ДТЗ в ДМФА следует проводить при $\Delta E = 0,8-0,9$ В. В таких условиях до т.э. индикаторный ток будет обусловлен одновременным восстановлением W(VI) на катоде и окислением образующегося комплексоната W(VI) на аноде. Поскольку при этом концентрация W(VI) будет непрерывно падать от своего начального до практически нулевого значения, а комплексоната W(VI), наоборот, увеличиваться, то индикаторный ток будет сначала расти до максимального значения, достигаемого в момент оттитровывания некоторого содержания W(VI), а затем падать до небольшой величины в т.э. За этой точкой будет наблюдаться до некоторого момента растущий ток, обусловленный восстановлением комплексоната W(VI) на катоде и окислением свободного ФКМ-ДТЗ на аноде.

Эксперименты показали, что АТ Sn(IV) раствором МОФКМ-ДДТК-4 в смеси ДМФА и инертного растворителя, содержащей не более 50

об.% хлороформа и метилэтилкетона, 40 об.% бензола, 30 об.% толуола и 20 об.% четыреххлористого углерода, протекает значительно лучше, чем в индивидуальном ДМФА или ДМСО.

В связи с тем, что синтезированные реагенты МОФКМ-ДДТК-4 и ФКМ-ДТЗ не изучены как аналитические реагенты, а также тот факт, что они содержат серу и азот, то представляло интерес выяснить ход и результаты титрования неводных растворов Sn(IV), W(VI), Sb(III) этими реагентами, поэтому эксперименты проводили в протолитических средах с добавлением воды.

В таблице 1 приведены данные, полученные при титровании ионов растворами МОФКМ-ДДТК-4 и ФКМ-ДТЗ в присутствии различных количеств воды в среде уксусной кислоты и оптимальных количеств хлороформа. Можно лишь отметить, что под влиянием малых добавок воды, обуславливающих заметное увеличение электропроводности титруемого раствора, снижается омическое падение напряжения в нем, вследствие чего правая ветвь кривой АТ становится более крутой, положение и четкость выражения КТТ при этом несколько не изменяется.

Таблица 1.

Влияние добавок воды на результаты амперометрического титрования ионов Sn(IV), W(VI), Sb(III) растворами 4-МОФКМ-ДДТК и ФКМ-ДТЗ на фоне 0,25 М по ацетату калия и в смеси уксусной кислоты и хлороформа (1:1) ($\Delta E=0,95$ В)

Природа и содержание Me, мкг		Конц. воды моль/л	Найдено Me, мкг - ($P=0,95; \bar{x} \pm \Delta X$)	S	S _r
Sb(III)	45,04	1,39	46,03 ± 0,47	0,19	0,004
		2,75	45,92 ± 0,51	0,32	0,007
		4,16	46,25 ± 0,60	0,24	0,005
		5,55	46,80 ± 0,83	0,33	0,007
		7,83	47,12 ± 1,17	0,73	0,016
W(VI)	30,01	1,39	30,00 ± 0,55	0,22	0,007
		2,75	29,75 ± 0,84	0,53	0,180
		4,16	29,52 ± 0,92	0,37	0,013
		5,55	29,34 ± 0,94	0,59	0,020
		7,38	29,13 ± 1,02	0,64	0,022
Sn(IV)	21,96	1,39	22,45 ± 0,22	0,09	0,004
		2,75	21,57 ± 0,42	0,17	0,008
		4,16	21,21 ± 0,68	0,43	0,019
		5,55	22,23 ± 0,77	0,31	0,014
		7,38	21,79 ± 0,70	0,28	0,013

Однако, условия АТ ионов металлов сильно ухудшаются при сильном разбавлении титруемого раствора: резко снижается воспроизводимость и правильность определений (табл.1.), ток за т.э. становится недостаточно стабильным, что связано с переходом некоторой части ионов титруемых металлов в новую, малую по объему, но более богатую водой фазу, и соответственно не участием их в реакции. Кроме того, появляющийся за т.э. свободный реагент постепенно переходит из первой основной фазы (неводной) во вторую, обогащенную

водой, вследствие чего величина тока в цепи индикаторных электродов резко изменяется - снижается во времени. Эксперименты показали, что максимальное содержание воды зависит не только от природы и содержания инертного растворителя, но и в значительной мере и от фонового электролита.

Статистическую оценку точности разработанных методик подтвердили многократными параллельными повторениями каждого титрования различных количеств ионов исследуемых металлов растворами 4-МОФКМ-ДДТК и ФКМ-ДТЗ в уксусной кислоте, *n*-пропаноле, ДМСО, ДМФА и их смесях с

некоторыми инертными растворителями в присутствии 0,25 М ацетата калия и 0,15 М нитрата

лития при напряжении на индикаторном электроде в диапазоне 0,60-0,90 В.

Таблица 2.

Результаты амперометрического титрования различных количеств Sb(III) раствором 4-МОФКМ-ДДТК на фонах 0,25 М по ацетату калия и 0,15 М по нитрату лития в ДМСО ($\Delta E=0,60$ В)

Природа и концентрация фона, моль/л	Введено Sb(III), мкг	Найдено Sb(III), мкг ($P=0,95; \bar{X} \pm \Delta X$)	n	S	S _r
Ацетат калия 0,25	13,32	13,32±0,17	3	0,092	0,007
	64,42	64,31±0,34	4	0,245	0,004
	177,70	176,40±1,53	3	0,62	0,004
	710,80	712,38±1,80	4	1,13	0,002
Нитрат лития 0,15	10,48	10,34±0,92	4	0,57	0,055
	41,91	41,65±1040	7	0,43	0,010
	167,64	166,28±1,66	4	1,04	0,006
	167,56	166,28±1,66	4	1,74	0,003

В качестве примера в табл. 2 приведены результаты определения Sb(III), обработанные методами математической статистики, которые показывают их высокую правильность и воспроизводимость.

Относительное стандартное отклонение (S_r) в большинстве случаев не более 0,055.

Выводы: Было установлено, что используемые органические реагенты в любой из вышеприведенных сред на платиновом дисковом аноде легко окисляются, благодаря чему эти реагенты с аналитической точки зрения весьма интересны и ценны как подходящие и специфичные титранты для амперометрического титрования Sn(IV), W(VI), Sb(III) в неводных средах.

Растворы необходимой концентрации, приготовленные в уксусной кислоте, являющейся протогенным растворителем, применяемым в аналитической

химии неводных растворов, отличаются высокой электропроводностью, что важно при амперометрической индикации КТТ.

В ходе проведенных экспериментов было выявлено, что скорость проведения титрования ионов металлов возрастает в ряду: вода < n-пропанол < диметилформамид < уксусная кислота. Причем, в уксусной кислоте область плавного искривления между ветвями кривых титрования дает четкую и хорошо выраженную анодную волну с потенциалом полуволны в диапазоне 0,50-1,25 В в зависимости от кислотности используемой среды.

Амперометрическое титрование ионов Sn(IV), W(VI), Sb(III) растворами ФКМ-ДТЗ и МОФКМ-ДДТК-4 в неводных протолитических средах показывают возможность эффективного повышения селективности методик.

Список литературы:

1. Сонгина О.А., Захаров В.А. Амперометрическое титрование.// – М.: Химия. – 1979. – 304 с.
2. Золотов Ю.А., Дорохова Е.Н., Фадеева В.И., Алов Н.В., Гармаш А.В., Барбалат Ю.А. Основы аналитической химии. Методы химического анализа.// – М.: Высш. шк. – 2002. – 487 с.
3. Корыга И., Дворжак И., Богачкова В. Электрохимия. – М.: Мир. – 1977.
4. Дамаскин Б.Б., Петрий О.А., Цирлина Г.А. Электрохимия. – М.: Химия. – 2001.
5. Коренман Я.И. Практикум по аналитической химии. Электрохимические методы анализа. – М.: Колос. – 2005. – 348 с.
6. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – М.: Химия. – 1979.
7. Алесковский В.Б., Бардин В.В., Васильев В.П. Физико – химические методы анализа. Практическое руководство. – М.: Химия. – 1964.
8. Харитонов Ю.Я. Аналитические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа. – 2008.
9. Yakhshieva Z The conditions for amperometric titration of the Ag (I) ion with sulfur-containing reagents. // Universum: Chemistry and Biology. Electronic scientific journal. - 2016. №4 (22).
10. Медведев Ю.Н. Протолитические равновесия в водных растворах. — М.: МПГУ. – 2011.