

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)
International Scientific Journal
Theoretical & Applied Science
p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)
Year: 2021 Issue: 11 Volume: 103
Published: 10.11.2021 <http://T-Science.org>

QR – Issue



QR – Article



Sherzod Abduzairovich Kasimov

Termez State University
Associate Professor of the Department of Inorganic and Analytical Chemistry
43 Barkamol Avlod str., Termez, Republic of Uzbekistan, 190111.
sh_kasimov@rambler.ru

Khayit Khudaynazarovich Turaev

Termez State University
Doctor of Chemical Sciences, Professor,
Dean of the Faculty of Chemistry
43 Barkamol Avlod str., Termez, Republic of Uzbekistan, 190111.
hhturaev@rambler.ru

Azizbek Bakhrom ugli Mardonov

Termez State University
student
43 Barkamol Avlod str., Termez, Republic of Uzbekistan, 190111.

THERMOGRAVIMETRIC STUDY OF SORBENT BASED ON COVALENTLY IMMOBILIZED ZINC DITHIOCARBAMATE ON A POLYESTER MATRIX

Abstract: This article investigates the thermogravimetric characteristics of a sorbent based on covalently immobilized zinc dithiocarbamate on a polyester matrix. Based on the results of the obtained experimental data, it was shown that the sorbent is stable up to a temperature of 140 °C. The resulting sorbent is recommended for use in the sorption of copper and zinc ions from solutions of higher temperatures.

Key words: covalently immobilized ligand, zinc dithiocarbamate, polyester matrix, thermogravimetry, thermal stability.

Language: Russian

Citation: Kasimov, Sh. A., Turaev, Kh. Kh., & Mardonov, A. B. (2021). Thermogravimetric study of sorbent based on covalently immobilized zinc dithiocarbamate on a polyester matrix. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 11 (103), 379-383.

Soi: <http://s-o-i.org/1.1/TAS-11-103-32> **Doi:**  <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2021.11.103.32>
Scopus ASCC: 1604.

ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СОРБЕНТА НА ОСНОВЕ КОВАЛЕНТНО ИММОБИЛИЗОВАННОГО ДИТИОКАРБАМАТА ЦИНКА НА ПОЛИЭФИРНОЙ МАТРИЦЕ

Аннотация: В данной статье исследованы термогравиметрические характеристики сорбента на основе ковалентно иммобилизованного дитиокарбамата цинка на полиэфирной матрице. По результатам полученных экспериментальных данных показано, что сорбент стабильный до температуре 140 °C. Полученный сорбент рекомендована для использования при сорбции ионов меди и цинка из растворов более высоких температур.

Ключевые слова: ковалентно иммобилизованный лиганд, дитиокарбамат цинк, полиэфирная матрица, термогравиметрия, термический стабильность.

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

Введение

Синтез новых ковалентно иммобилизованных лигандов, разделение с их помощью переходных металлов из растворов комплексообразующими сорбционными методами, изучение состава, строения, физико-химических свойств координационных соединений, образующихся в процессе сорбции, является одной из основных задач неорганической химии.

Ранее в литературе показано, что синтезирован комплексообразующий полифункциональный полимерный сорбент на основе поликонденсации мочевины, формальдегида, фосфорной кислоты [1]. Синтезированы иммобилизованные металлокомплексы некоторых d и f элементов с гетарилформазанами [2], определены сорбционные характеристики по ионам Co (II), Cd (II), Ni (II), Cu (II) и Zn (II) на силикагеле с ковалентно-иммобилизованным 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом [3], проведено сорбционно-фотометрическое определение ионов кобальта с помощью иммобилизованного реагента 4-амил-2-нитрозо-1-нафтола [4]. Предложен сорбент для концентрирования лантана из проб воды большого объема. Сорбент устойчив в динамических условиях и основан на сверхсшитом полистироле, модифицированном 1-фенил-3-метил-4-бензоилпиразол-5-оном [5].

Ученые из института экологической безопасности (г. Курск) под руководством Н.Н. Басаргина работали над кислотно-основными и комплексообразующими свойствами хелатных полимерных сорбентов [6], ученые из Уральского федерального университета под руководством Л.К. Неудачиной изучали синтез и физико-химические свойства хелатных сорбентов с функциональными группами N-арил-3-аминопропионовых кислот [7].

В работе [8] сополимер малеинового ангидрида-стирола модифицирован в присутствии 4-амино-2-тиоурацила и формальдегида и получен новый полимерный сорбент с пространственной структурой. Также синтезированы хелатообразующие сорбенты на основе ковалентного закрепления на матрице карбамидформальдегидной смолы: 2-аминопентандиовой кислоты [9], дитизона [10], ортофосфорной кислоты [11]. В статье [12] исследован полученный лиганд, ковалентно закрепленный способом *in situ* O,O-ди-(2-аминоэтил)-дитиофосфата калия на полиэфирной матрице, обладающей комплексообразующими свойствами с катионами d-металлов.

Применение ковалентно иммобилизованных лигандов в полимерных матрицах в процессе

извлечения металлов путем комплексообразования из растворов позволяет селективно извлекать металлы в виде комплексных соединений. Поэтому необходимо провести систематическое исследование свойств полимерных лигандов и образования координационных соединений с металлами.

Цель и методы исследования.

Таким образом, целью данного исследования является определение термической стабильности сорбента на основе ковалентно иммобилизованного дитиокарбамата цинка на полиэфирной матрице.

В работе применялись реактивы марки «ч» и «х.ч.». Растворы использованных реактивов готовились растворением точной навески в известном объеме растворителей. Определяли насыпной вес синтезированного сорбента по ГОСТ 10898.2–84, удельный объем набухшего сорбента по ГОСТ 10898.4–84, статическую обменную ёмкость – ГОСТ 20255.1–89.

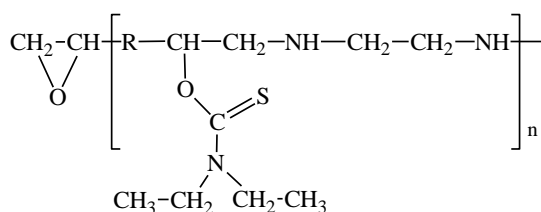
Термоаналитические исследования проводили с использованием синхронного анализатора Netzsch STA 409 PG (Германия), термопары типа K (Low RG Silver) и алюминиевых тиглей. Все измерения проводились в инертной атмосфере азота при скорости потока азота 50 мл / мин. Температурный интервал измерений 25–370 °С, скорость нагрева 5 град / мин. Объем пробы для одного измерения 5-10 мг. Измерительная система откалибрована стандартным набором веществ KNO₃, In, Bi, Sn, Zn.

Синтез сорбента на основе ковалентно иммобилизованного дитиокарбамата цинка на полиэфирной матрице. Как продолжение вышеуказанных исследований для синтеза комплексообразующего сорбента в стакан добавляют 8 г (0,02 моль) эпокисмола (ЭД-20) и 3,62 г (0,01 моль) диэтилдитиокарбамата цинка. После того, с перемешиванием прикапывают 2 мл концентрированный хлоридной кислоты. После интенсивно перемешиванием реакционной смеси в качестве отвердителя добавляют немного этилендиамина 1,2 мл (0,02 моль). В результате образовалась смолистая масса. Полученную смолистую массу вылили в фарфоровую чашу и сушили в сушильном шкафу при 70-80 °С в течение 24 часов. Высушенный полимер растирали в ступке, и низкомолекулярные соединения сначала промывали 5% -ным концентрированным раствором NaOH, а затем несколько раз дистиллированной водой. Полученный продукт состоит из мелких пористых светло-желтых зерен с выходом реакции 88%.

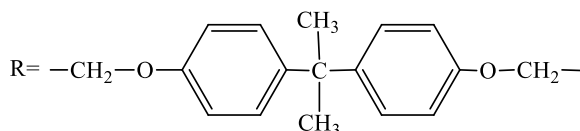
Строения полученного сорбента предлагается следующим образом.

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 1.582	ПИИЦ (Russia) = 3.939	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 9.035	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 7.184	OAJI (USA) = 0.350



Где,



5 мл аликвотной фракции и разбавляют до 50 мл, затем добавляют несколько капель аммиака до образования аммиачной комплексной окраски. В смесь добавляют индикатор мурексида до образования ярко-желтого раствора, затем

титруют 0,05 н. раствором трилона Б до образования светло-пурпурного цвета. Ионообменная емкость иона меди (II) рассчитывалась по следующей формуле:

$$\text{COE} = \frac{(\text{V}_K - \text{V}_n) \cdot \text{N} \cdot \text{B}_2}{\text{V}_1 \cdot \Gamma} = \frac{(14 - 10) \times 0,05 \times 5}{10 \times 0,03} = 3,3 \text{ mg} - \text{ekv/g}$$

Здесь V_K - объем раствора трилона Б, использованный для титрования контрольного раствора, мл; V_n - объем трилона Б, использованный для титрования раствора металла после контакта с полимером, мл; N - нормальность раствора трилона Б; V_1 - общий объем раствора

MeCl_2 , мл; B_2 - аликвота, мл; Γ - анионообменная смола, г. [11].

Изучено влияние мольных соотношений исходных веществ на состав и физико-химические свойства синтезированного комплексообразующего сорбента (табл.1)

Таблица 1. Влияние соотношения первичных компонентов на физико-химические свойства синтезированного хелатообразующего сорбента

Мольные отношения эпоксигомола, диэтилдитиокарбамата цинка и этилендиамина	Выход реакции, %	Статическая обменная способность в 0,1 н растворе, мг-экв / г	
		CuCl_2	ZnCl_2
1:1:1	66	3,1	3,0
2:1:1	77	2,8	3,1
2:1:2	88	3,3	3,5
1:2:2	70	2,7	2,8

Результаты в таблице показывают, что мольное соотношение эпоксигомола, диэтилдитиокарбамата цинка и этилендиамина составляет 2:1:2 для синтеза сорбента с высокой обменной емкостью по отношению к ионам металлов.

Из полученных экспериментальных данных при исследовании термостабильности сорбента и на основании [12] литературных данных по

результатам дериватографического анализа проанализированы различные экзотермические и эндотермические эффекты, наблюдаемые при изменении массы в результате разрушения структуры соединений при нагревании сорбента.

Изучены термогравиметрический (ТГА) и дифференциальный термический анализ (ДТА) полученного сорбента (рис.1).

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
ПИИЦ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

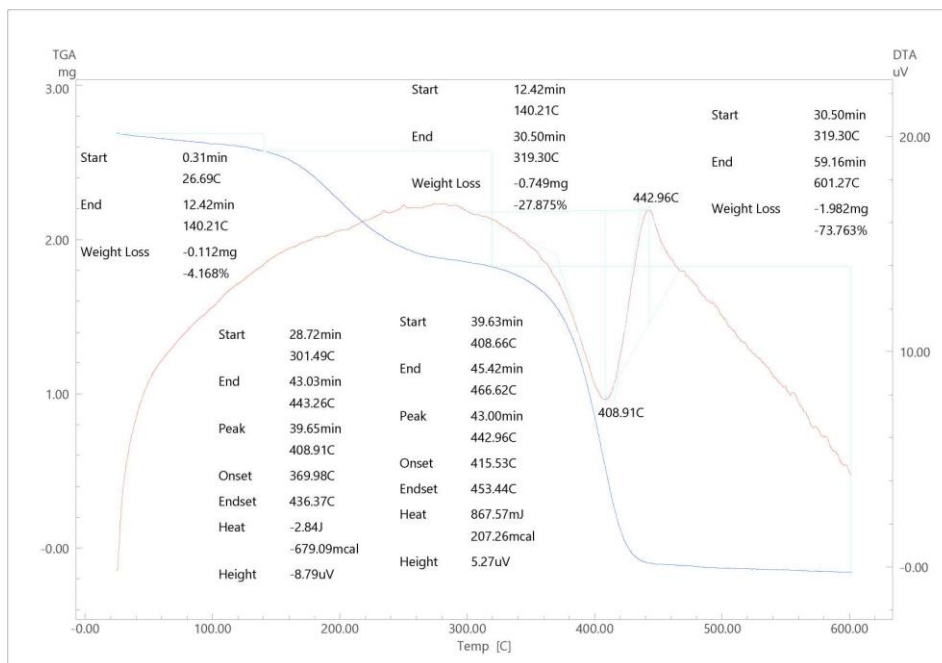


Рисунок 1. Термогравиметрический (ТГА) и дифференциальный термический анализ (ДТА) синтезированного сорбента.

Анализ термогравиметрической кривой сорбента показывает, что кривая ТГА в основном реализуется в 2 интенсивных температурных диапазонах потери массы. 1-интервал потери массы равен температуре 26,7-140,2 °С, 2-интервал потери массы равен температуре 408,6-453,44 °С. Анализ показывает, что в 1-интервале потери массы наблюдается массовая потеря 0,112 мг, т. е. 4,168 %, что связано с эндоэффектным гигроскопическим оттоком воды из сорбента, в 2-интервале потери массы происходит разложение и наблюдается выделение аммиака. Основная величина потери массы в этом диапазоне составляет 1,983 мг или 73,763%. Таким образом, термическая стабильность синтезированного сорбента свидетельствует о его устойчивости до температуры 140 °С.

Выводы.

Таким образом, получен новый комплексообразующий сорбент, на основе эпоксидной смолы, диэтилдитиокарбамата цинка, этилендиамина, обладающий высоким сорбционным способом к катионами меди и цинка. Полученные результаты показали, что синтезированного хелатообразующего сорбент обладает высокой статической обменной емкостью при молярном соотношении 2: 1: 2 исходных веществ. По результатам термогравиметрического и дифференциального термического анализа рекомендована для использования при сорбции ионов меди и цинка из растворов более высоких температур.

References:

1. Kasimov, Sh. A., Turayev, Kh. Kh., & Dzhililov, A. T. (2018). Issledovaniye protsessa kompleksoobrazovaniya ionov nekotorykh dvukhvalentnykh 3d-metallov sintetirovannym khelatoobrazuyushchim sorbentom. *Universum: khimiya i biologiya*, 3 (45).
2. Pervova, I. G. (2007). *Immobilizovannyye metallokompleksy nekotorykh d i f elementov s getarilformazanami: sintez, stroeniye i svoystva*: dis. Doktora khimicheskikh nauk: 02.00. 02. (p.288). Yekaterinburg.
3. Open'ko, V. V., Konshina, D. N., Temerdashev, Z. A., & Konshin, V. V. (2014). Izucheniye sorbtzii Co (II), Cd (II), Ni (II), Cu (II) i Zn (II) na silikagele s kovalentno-immobilizovannym 1-(2-piridilazo)-2-naftolom. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya*, 57(10), 57-61.

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
PIHII (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

4. Inatova, M. S., Smanova, Z. A., Nurmukhamadov, ZH., & Gafurov, A. A. (2016). Corbtsionno-fotometricheskoye opredeleniye ionov kobal'ta s pomoshch'yu immobilizovannogo reagenta 4-amil-2-nitrozo-1-naftola. *European research*, 8 (19).
5. Arkhipova, A. A., Tsyisin, G. I. Y., Statkus, M. A., Bol'shov, M. A., Seregina, I. F., & Zolotov, Y. A. (2016). Sorbents with non-covalently immobilized β -diketones for preconcentration of rare earth elements. *Talanta*, 161, 497-502.
6. Basargin, N. N., Oskotskaya, E. R., Yushkova, E. Y., & Rozovskii, Y. G. (2006). Physicochemical properties of complexing para-substituted polystyrene sorbents containing functional amino groups. *Russian Journal of Physical Chemistry*, 80(1), 115-119.
7. Neudachina, L. K., Yatluk, Y. G., Baranova, N. V., Pestov, A. V., Vshivkov, A. A., Plekhanova, A. Y., & Zorina, M. V. (2006). Synthesis and physicochemical properties of chelating sorbents containing functional groups of N-aryl-3-aminopropionic acids. *Russian chemical bulletin*, 55(5), 828-834.
8. Aliyeva, R. A., et al. (2016) Determination of lead (II) in liver corpse of a slaughtered cattle with preconcentration on a chelating sorbent. *American Journal of Analytical Chemistry*. (7 (08). 617. <https://doi.org/10.4236/ajac.2016.78057>
9. Ermuratova, N. A., Kasimov, Sh. A., & Turayev, Kh. Kh. (2021). Sintez i issledovaniye khelatoobrazuyushchego sorbenta na osnove karbamida, formal'degida i 2-aminopentandiovoy kisloty. *Universum: tekhnicheskoye nauki*, 4-4 (85), 71-73.
10. Chorjeva, N., Ermuratova, N., Turaev, Kh., & Kasimov, Sh. (2021). Synthesis and research of chelate forming sorbent based on carbamide, formaldehyde, ditizone. *Chemistry and chemical engineering*, 2020(4).
11. Kasimov, S. A., Turayev, Kh. Kh., Dzhililov, A. T., Choriyeva, N. B., & Amonova, N. D. (2019). IK spektroskopicheskiye issledovaniye i kvantovo-khimicheskoye kharakteristiki azot i fosforsoderzhashchego polimernogo liganda. *Universum: khimiya i biologiya*, 6 (60).
12. Kasimov, Sh.A., Turaev, H.Kh., Jalilov, A.T., Alikulov, R.V., Mukumova, G.Zh. (2021). IR spectroscopic and thermal characteristics of the covalent immobilized sulfur-containing ligand and its coordination compounds with copper (II). *ISJ Theoretical & Applied Science*, 09 (101) 234-238. <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2021.09.101.15>