

**O‘ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O‘RTA MAXSUS
TA’LIM VAZIRLIGI**

**ABU RAYHON BERUNIY NOMIDAGI TOSHKENT DAVLAT
TEXNIKA UNIVERSITETI**

TAHLILNING FIZIKA-KIMYOVIY USULLARI

fanidan ma’ruzalar matni

«5310300-Metallurgiya» bakalavriat ta’lim yo‘nalishi

Toshkent - 2015

Tuzuvchilar: Tahlilning fizika - kimyoviy usullari ma'ruzalar matni. Valiyev X.R., Saidova M.S. -Toshkent: ToshDTU, 2015. 115 b.

Ma'ruzalar matni "5310300-Metallurgiya mutaxassisligi bo'yicha o'qitiladigan talabalarning kasbini belgilovchi fanlardan biri hisoblanadi. Fanning dasturi bo'yicha ma'ruzalar, laboratoriya va amaliy mashg'ulotlarga mo'ljallangan. Talabalar bitiruv ishining kattagina qismi mana shu fan asosida bajarilishi rejalashtirilgan.

"Tahlilning fizika-kimyoviy usullari" fanida moddalarni tarkibini va miqdorini aniqlash, aniqlashda maxsus tahlil usullarini qo'llash, tahlil usullarini klassifikatsiyasi, ishlash printsiplari, tahlilning fizika-kimyoviy usullarining uskunalarini ularning ishlash printsiplari va qo'llanilish sohalari to'g'risida batafsil tushunchalar beriladi. Taqdim etilayotgan to'plam mualliflarning "Tahlilning fizika-kimyoviy usullari" fani bo'yicha o'zbek tilida o'qiyotgan ma'ruzalar asosida tuzilgan.

Abu Rayhon Beruniy nomidagi Toshkent davlat texnika universiteti ilmiy-uslubiy kengashi qarori asosida nashr etildi.

Taqrizchilar:

M.M.Yakubov — "Fan va taraqqiyot" DUK raisi, t.f.d. professor
I.K. Umarova — ToshDTU "Konchilik ishi" kafedrasida dotsenti.

© Toshkent davlat texnika universiteti, 2015

1 - MA'RUZA. KIRISH. FANNING MAQSADI, XUSUSIYATLARI, QO'LLANILISH SOHALARI.

- Reja:** 1. Tahlilning fizika – kimyoviy usullari fanini vazi-fasi.
2. Tahlilning kimyoviy va fizikaviy xususiyatlari.
3. Fanning qo'llanilish sohalari.

D.I. Mendeleevning elementar davriy sistemasida berilliydan astatga tomon diagonal o'tkazilsa, u holda dioganalning o'ng tomoni yuqorisada metallmas elementar, chap tomon pastida metall elementar bo'ladi. Dioganal yaqinida joylashgan elementlar (Al, Be, Ni, Ge, Nb, Sb) ikki xossali bo'ladi. Davriy sistemada 107 elementdan 85 tasi metallardir. Metallar tabiatda erkin holatda (yombi metallar) va asosan kimyoviy birikmalar holida uchraydi. Aktivligi eng kam bo'lgan metallar yombi metallar holida uchraydi. Ularning asosiy vakillari oltin bilan platinadir. Kumush, mis, simob qalay tabiatda yombi holida ham birikmalar holida ham uchraydi. Tarkibida metallar va ularning birikmalari bor sanoatda metallar olish uchun yaroqli bo'lgan minerallar va tog' jinslari rudalar deyiladi. Ruda tarkibida 2 ta va undan ko'p metallarning birikmalari bo'lsa, bunday rudalar polimetall rudalar deyiladi. Rudalardan metallar olish metallurgiyaning vazifasidir. Metallurgiya bu tabiiy xom ashyodan sanoatda metallar olish usuli haqidagi fan. Hozirgi metallurgiyada 75 xildan ko'p metallar va ular asosida turli tuman qotishmalar olinadi. Metallar olishning usullariga qarab piro, gidro va elektro metallurgiya bo'ladi. Metallarni birikmalardan olishning barcha usullari oksidlanish – qaytarilish jarayonlariga asoslangan. Metallarning korroziyalanishi deganda metallarning tevarak atrofidagi muhit ta'siridagi yemirilishi tushuniladi. Bu o'z - o'zidan boradigan oksidlanish–qaytarilish jarayonidir. Korroziya ikki xil kimyoviy va elektro kimyoviy bo'ladi.

Tahlilning fizika – kimyoviy usullari fani metallurgiya sari mahsulotlarni (eritma, modda, metall, birikma, kontsentrat va boshqa fizikaviy, kimyoviy xossalariga asoslangan holda asbob – uskunalar yordamida ularni sifatini nazorat qilish usullari, tarkib miqdorini, tuzilishini aniqlash haqida ma'lumot beradi. Fanning vazifasi tahlil usullarini ishlab chiqarish, ularni qo'llash, hamda ushbu usullarni nazariy asoslarini keng miqdorda o'rganishdan iborat. Bunda metallurgik sanoat mahsulot-larining muhim shakllari va birikmalarining turli sharoitda mavjudligi hamda analitik holati, koordinatsion birikmalarning barqarorligi, ularning tarkibini aniqlash, ularning kimyoviy va fizikaviy xususiyatlarini o'rganish

kiradi.

Moddalarning kimyoviy va fizikaviy xususiyatlari tahlilning asosiy usullaridan hisoblanadi. Moddaning tahlil qilganda, modda qanday komponentlardan tashkil topganligi, komponentlarning miqdori qanchaligi, qanday holdaligi aniqlanadi.

Tahlilning aniqligi qo'yiladigan maqsadga bog'liq. Texnika jadal rivojlanishi moddaning tekshirish usullariga tobora yangi talab qo'yilmoqda. Yaqin vaqtlarga qadar modda tarkibida 10^{-2} - 10^{-3} % yoki 0,001 % gacha konsentratsiyada bo'ladigan qo'shimchalarni aniqlash va cheklanish kifoya edi. Keyingi vaqtlarda atom materiallari sanoatda paydo bo'lishi va jadal rivojlanishi, shuningdek qattiq, otashbaror maxsus qotishmalar va po'lat ishlab chiqarishning o'sishi usullarini sezgirligini 10^{-5} - 10^{-8} % gacha oshirishni talab qildi va qo'shimchalarning shu darajadagi kam miqdori ham material xossalarini keskin o'zgartirish va ba'zi texnologik jarayon yo'nalishini bo'zishi mumkinligi aniqlandi.

Tahlilning aniqligi moddadagi komponentlarning miqdoriga bog'liq. Moddadagi komponentning miqdori ko'p bo'lsa, aniqlik shuncha ko'p bo'ladi.

Tahlilning aniqligi natijaning qanday maqsadda ishlatilishiga ham bog'liq. Ohirgi tayyor mahsulotlarga yuqori aniqlik, metallurgiya jarayonlardagi oraliq maxsulotlar uchun unchalik yuqori bo'lmagan aniqlik va tezlik talab etiladi. Masalan: mis kontsentratini, yallig' qaytarma pechda kuydirish jarayonida desulfurizatsiya miqdorini ma'lum vaqt davomiyligida aniqlash talab qilinadi.

Hozirgi kunda tahlilning mexanizatsiyalashtirilgan va avtomatlashtirilgan usullari mavjud.

Tahlilning fizika - kimyoviy usullarining yana bir muhim afzalligi, tahlilni masofadan o'tkazish imkoniyatidir. Misol tarzida Oy tuprog'ida Lunaxod ichida o'rnatilgan rentgenoflyuorestsent moslama vositasida bevosita tekshirishni, Mars atmosferasini tekshirishni keltirish mumkin.

Bundan tashqari radiaktiv, zaharli moddalarni, yuqori haroratdagi jarayonlarni tahlil qilishda qo'llaniladi.

“Tahlilning fizika-kimyoviy usullari” fani “Analitik kimyo” fanining bir bosqichidir. Analitik kimyo moddaning kimyoviy tarkibi, miqdori va uning to'zi-lishini aniqlash usullari haqidagi fandır.

Analitik kimyo muhim nazariy va amaliy ahamiyatga ega. Deyarli barcha kimyo qonunlari analitik kimyo usullari yordamida topiladi. Turli materiallar, buyumlar, ma'danlar, minerallar, oy tuprog'i. Davriy sistemadagi elementlar analitik kimyo usullari orqali topiladi.

Materiallar tahlili ko'pgina texnologik jarayonlarda, ishlab chiqarish sohalarini kuzatib borishda va amalga oshirishda muhim ahamiyatga ega. Masalan, metallurgiya sanoatda metall eritishni tekshirib turish yoki ish jarayonida nohushlikka olib keluvchi ba'zi bir qoldiqni, aralashmani gidrometallurgik ishlab chiqarishdan to'liq ajratib olishda muhim ahamiyatga ega. Analitik kimyo geologiya, geokimyo, qishloq xo'jaligi, farmasevtika, lak bo'yoqchilik, neft-kimyo sanoati va ko'pgina xalq xo'jaligining boshqa sohalarida ham muhim ahamiyatga ega.

Analitik kimyodagi ko'pgina usullar va ularning uslublari qadim zamonlardan ma'lum edi. Bu avvalo, asbobsozlik sa'nati yoki quruq tahlil usuli bilan probirkada tahlil qilish, ya'ni namunani eritmay va eritma ishlatmay bajariladigan jarayondir. Probirkani tahlil qilish yo'li bilan asl metallning tozaligini nazorat qilib, uning qotishma, madan tarkibidagi miqdorini aniqlash mumkin.

XVII asr o'rtalarida sanoatning turli tarmoqlarida ishlab chiqarishning rivojlanishi yangi tahlil va izlanishlar talab qildi, chunki probirkali tahlil endi kimyo va boshqa sanoat talablarini qondirolmay qolgan edi.

R. Boyl' kimyoviy tahlil haqida umumiy tushunchalarni ishlab chiqdi. Usul zamonaviy sifat tahlilni "hol usuli" yo'li bilan, ya'ni eritma bilan ishlash reaksiyalarini, o'sha vaqtda ma'lum bo'lgan sifat tahlilning bir nechta reaksiyasini (ammiak, xlor) kislota va asosni aniqlashda lakmusni qo'lladi va boshqa muhim yangiliklarni taklif qildi.

M.V. Lomonosov birinchi bo'lib kimyoviy tahlilda tarozini muttasil qo'llay boshladi. U o'z izlanishlari va analitik kimyo texnologiyasidagi tadqiqotlari yordamida qo'llanilgan ishlarni umumlashtirib yangi "Konchilik ishi metallurgiyasining birinchi asoslari" kitobini yozdi.

A.L.Lavua'ze havo, suv va boshqa moddalar tarkibini aniqlash va yonishning kislorod nazariyasini kashf qildi

Analitik kimyo fanining rivojiga D. Dal'ton, J. G. Gey-Lyussak, A. Avagadro, T. E. Lovits, M. V. Severgin, I. YA. Bertselius, D. I. Mendeleevlar katta hissa qo'shishdi.

D. I. Mendeleev tomonidan tuzilgan davriy qonun analitik kimyo fanida juda katta o'zgarishlar bo'ldi. Hozirgi analitik kimyo ancha tezkor, aniq, avtomatlashgan, moddani parchalamay turib tahlil qilish yo'liga o'tib oldi.

"Tahlilning fizika-kimyoviy usullari" fanining maqsadini qisqacha qilib quyidagicha ifodalash mumkin:

1. Tahlilning fizika-kimyoviy usullarining nazariy asoslarini rivojlantirish, ilmiy asoslash, mavjud usullarni takomillashtirish, yangi

tahlil usullarini yaratish va avtomatlashtirish;

2. Mikroaralashmalarni konsentratsiyasini aniqlash va moddalarni ajratish usullarini ishlab chiqish;

3. Tabiiy birikmalarni, texnik materiallarni tahlil qilish usullarini takomillashtirish va yangilarini yaratish;

4. Amaliyotda, ishlab chiqarishda, texnikada va ilmiy izlanishlarda analitik nazoratni qo'llash;

5. Amaliyotda, ishlab chiqarishda, texnikada va ilmiy izlanishlarda analitik nazoratni, tahlilni avtomatlashtirish, boshqarishni kompyuterlashtirish.

Nazorat savollari:

1. Tahlilning fizika – kimyoviy usullari fanining vazifasi nimadan iborat?
2. Tahlilning fizika – kimyoviy usullari fani qaysi fanning bosqichi hisoblanadi?
3. Tahlilning aniqligi nimaning miqdoriga bog'liq?

2 - MA'RUZA. FIZIKA-KIMYOVIY TAHLILNING NAZARIY ASOSLARI. TAHLILDA QO'LLANILADIGAN REAKSIYALAR

Reja: 1. Analitik reaksiyalar haqida tushincha.

2. Analitik reaksiya turlari.

3. Qaytmas va qaytar reaksiyalar.

4. Kimyoviy reaksiyalarning tezligi

Analitik reaksiyalar haqida tushincha

Sifat va miqdoriy tahlilda ishlatiladigan, moddani kimyoviy tarkibini, tuzilishini o'zgarishi bilan sodir bo'ladigan kimyoviy o'zgarishlar analitik reaksiyalar deyiladi.

Analitik reaksiyalar, ularga qo'yiladigan reaksiyalarga to'liq, javob berishi va aniq, belgilangan shartlarga amal qilingan holda amalga oshirilishi kerak.

Analitik reaksiyalar quyidagi masalalarni yyechishda qo'llaniladi:

1) aniqlanayotgan element va uning birikmalarini tarkibini topishda;

2) turli xil moddalarni tarkibini va miqdorini aniqlashda;

3) kam eruvchan birikmalarni cho'ktirishda;

4) suvda erimaydigan birikmalarni eriydigan birikma shaklga

o'tkazishda;

5) turli xil elementlarni past oksidlanish darajasidan yuqori oksidlanish darajasiga o'tkazishda;

6) turli xil elementlarni yuqori oksidlanish darajasini past oksidlanish darajasiga qaytarishda;

7) elementlarni yoki ularning birikmalarini parchalashda, aralashmalarni ajratishda;

8) tahlil qilinayotganda aniqlashga xalaqit beradigan elementlarni maskirovkalash (niqoblashda);

9) maskirovkalangan (niqoblangan) elementlarni demaskirovkalash (nikobsizlantirish) da;

10) tahlil qilishda aniqlanayotgan namunani aniqlanayotgan obektdan turli xil yo'llar bilan ajratishda, kislotalar va ishqorlar oksidlovchi va qaytariluvchilar bilan qayta ishlaganda.

Analitik reaksiya turlari

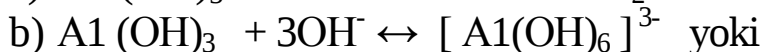
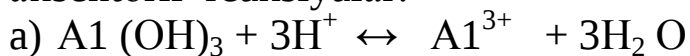
Tahlilda ishlatiladigan u yoki bu elementlarni aniqlaydigan, bir-biridan ajratadigan va miqdorini topadigan reaksiyalar ionlar orasida sodir bo'ladi. Ionlarni xususiyatlari ushbu ionlari hosil qiluvchi D.N.Mendeleevni davriy sistemadaga elementlarni vaziyatiga, elektron strukturasiga, zaryadiga, radiusiga, massasiga, boshqa ionlar bilan kimyoviy bog'lanishning tipiga, potentsialni ionizatsiyasiga, ionlarni holatiga bog'liq bo'ladi. Tahlilda qo'llaniladigan reaksiyalar xususiyatiga ko'ra quyidagi guruhlariga bo'lish mumkin:

1. Kompleks molekulalar (suv, gazlar, kuchsiz elektrolitlar, kompleks ionlar) hosil bo'lishi bilan sodir bo'ladigan kislotali asosli reaksiyalar;

2. Kuchli kislota, vodorod yoki gidrooksil ionlari neytralizatsiyalanishi va bir vaqtni o'zida bufer eritmani (kuchsiz kislota yoki kuchsiz asos) dissotsiatsiyalanishi bilan sodir bo'ladigan bufer ta'sirli reaksiyalar;

3. Suvni elektrolitik dissotsiatsiyalanishi muvozanatini buzilishi va kuchsiz kislota yoki kuchsiz asos hosil bo'lishi bilan sodir bo'ladigan tuzlarni gidrolitik parchalanish (gidroliz) reaksiyalar;

4. Cho'kmalarni kislotalarda (a) va ishqorlarda (b) erishi bilan sodir bo'ladigan amfoter birikmani protopo - donorli va protopo - akseptorli reaksiyalar:



5. Turli xil rangli cho'kmalarni hosil qilishi bilan sodir bo'ladigan

cho'ktirish reaksiyalar. Masalan: CaC_2O_4 – oq, $\text{Fe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ – ko'k, qora, SdS – sariq, HgJ - qizil, CdS - fazoviy pushti (telesnorozoviy), PbJ_2 - tilla rang, Ag_3AsO_3 – sariq rang va xakozo.

6. Gazlar, kuchsiz elektrolitlar va kompleks ionlar hosil bo'lishi bilan sodir bo'ladigan cho'kmalarni kislotalarda, asoslarda, ammiak va hokazolarda erish reaksiyalari.

7. Turli xil ionnitlar va molekulalarni kompleks hosil qiluvchilarni atomlari bilan birikishi bilan sodir bo'ladigan kompleks hosil qiluvchi reaksiyalar;

8. Elektronlarni o'tishi bilan sodir bo'ladigan oksidlovchi qaytaruvchi reaksiyalar.

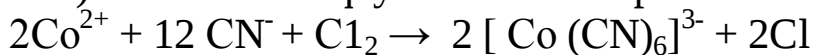
9. Anionlarda yoki kationlarda sodir bo'ladigan ion almashinish reaksiyalari.

10. Tahlilni kinetik usullarida qo'llaniladigan katalitik reaksiyalar.

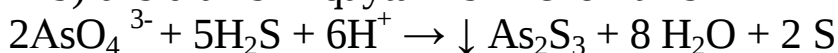
11. Tahlil qilinayotgan eritmaga solingan elektrolarlarda sodir bo'ladigan oksidlovchi qaytariluvchilarda hosil bo'ladigan elektr kimyoviy reaksiyalar.

12. Kislotali - asosli o'zaro ta'sirlanish, oksidlanish – qaytarilish, kompleks hosil qilish cho'ktirish eritish va h.k. jarayonlar bilan bog'langan kombinirlangan reaksiyalar. Masalan:

a) oksidlanish - qaytarilish – kompleks hosil qilish



b) oksidlanish - qaytarilish - cho'ktirish



c) eritish - oksidlanish - qaytarilish



d) oksidlanish - qaytarilish - kislotali - asosli o'zaro ta'sirlanish, kompleks hosil qilish, eritish



Muhitni eritmalaridagi ionlarni holatiga ta'siri

Muhit eritmadagi moddalarni holatiga ta'sir o'tkazishi muhitni xususiyatiga bog'liq bo'ladigan holda eritmalarida bir elementni turli xil ionlari hosil bo'lishi mumkin.

Yuqori oksidlanish darajali bir qator elementlar suvli eritmalarida oddiy ionlar shaklida mavjud bo'lmaydi (N^{5+} , S^{6+} , Mn^{7+} , W^{6+} va hokazo), balki murakkab ionlarnin NO^{-3} , SO_4^{2-} , MnO_4^- , WO_4^{2-} - hosil qiladi.

1 – jadval. Muhitni ionlarni holatiga ta'siri

Nordon muhit	Kuchsiz nordon muhit	Neytral muhit	Kuchsiz ishqoriy muhit	Ishqoriy muhit
HSO_4^- , H_2SO_4 ; H_2CO_3 (H_2O^+ CO_2),	SO_4^{2-} , HSO_4^- HCO_3^- H_2CO_3	SO_4^{2-} HCO_3^-	SO_4^{2-} CO_3^{2-} , HCO_3^-	SO_4^{2-} CO_3^{2-}
H_2PO_4^- , H_3PO_4 ,	H_2PO_4	HPO_4^{2-} H^2PO_4^-	PO_4^{3-} , HPO_4^{2-}	PO_4^{3-}
$[\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ yoki Zn^{2+}	$[\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ $[\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_3 \cdot \text{Zn}^{2+}$, ZnOH^+	ZnOH^+ $\text{Zn}(\text{OH}) \cdot (\text{OH})_2$ yoki $\text{Zn}(\text{OH})_2$	$\text{Zn}(\text{OH})_2$ $[\text{Zn}(\text{H}_2\text{O}) \cdot (\text{OH})_3]^-$ yoki $\text{HZnO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ yoki $\text{ZnO}_2^{2-} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
$[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ yoki Al^{3+}	$[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_5 \cdot \text{OH}]^+$, $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_4 \cdot (\text{OH})_2]^+$, yoki Al^{3+} , $\text{Al}(\text{OH})_2^+$	$\text{Al}(\text{OH})_2^+$ $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_3 \cdot (\text{OH})^3$ yoki $\text{Al}(\text{OH})^3$	$\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_3 \cdot (\text{OH})_3$, $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_2 \cdot (\text{OH})_4]^-$ yoki $\text{AlO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_2 \cdot (\text{OH})_4]^-$ $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O}) \cdot (\text{OH})_5]^{2-}$ $[\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}$, yoki $\text{AlO}_2^- \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{HAlO}_3^{2-} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{AlO}_3^{3-} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Solvatlar. Tahlilda va analitik kimyoda ishlatiladigan ko'pgina reaksiyalar eritmalarda o'tadi. Ergan modda ionlari va molekulari erituvchi molekulari bilan birikadi. Natijada solvatlar deb nomlangan mahsulot hosil bo'ladi. Solvatlar hosil qiluvchi jarayonlar solvatizatsiya deyiladi. Ayrim hollarda erigan modda zarrachalari suv molekulari bilan ta'sirlashadi va gidratatsiya jarayoni deyiladi.

Qaytmas va qaytar reaksiyalar

Faqat bir yo'nalishda boradigan va reaksiyaga kirishayotgan boshlang'ich moddalar ohirgi mahsulotlarga to'liq aylanadigan

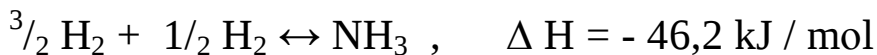
reaksiyalar qaytmas reaksiyalar deyiladi. Bunday reaksiyaga kaliy xloratning (bertoliy tuzining) qizdirilganda parchalanishi misol bo'la oladi:



Kaliy xloratning hammasi kaliy xlorid bilan kislorodga aylangandan keyin-gina to'xtaydi. Qaytmas reaksiyalar unchalik ko'p emas. Ko'pchilik reaksiyalar qaytar bo'ladi.

Bir vaqtning o'zida bir-biriga teskari ikki yo'nalishda boradigan reaksiyalar qaytar reaksiyalar deyiladi.

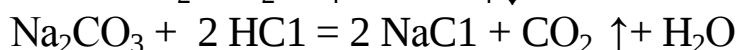
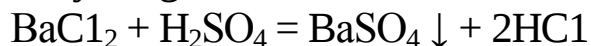
Qaytar reaksiyalarning tenglamalarida chap va o'ng qismlari orasida qarama-qarshi tomonlarga yo'nalgan ikkita strelka qo'yiladi. Bunday reaksiyaga vodorod bilan azotdan ammiak sintezi misol bo'la oladi:



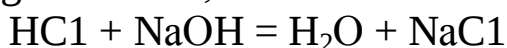
Moddalarni tahlil qilganda qaytar reaksiyalar, odatda, bir qancha qiyinchiliklar tug'diradi. Shu sababli ular turli usullar, harorat, bosimni o'zgartirish bilan amalda qaytmas qilinadi.

Quyidagi hollarda reaksiyalar qaytmas bo'ladi:

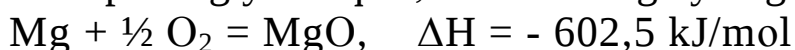
1. Hosil bo'ladigan mahsulotlar reaksiya doirasidan chiqib ketadi cho'kma holida tushadi yoki gaz holida uchib ketadi, masalan,



2. Kam dissotsialanadigan birikma, masalan suv hosil bo'-ladi:



3. Reaksiyalarda ko'p energiya chiqadi, masalan magniyning yonishi:



Qaytmas reaksiyalarning tenglamalarida chap va o'ng qismlari orasiga tenglik ishorasi yoki strelka qo'yiladi.

Qaytar reaksiyalar oxirigacha bormaydi va kimyoviy muvozanat qaror topishi bilan tugallanadi.

Kimyoviy reaksiyalarning tezligi

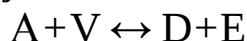
Reaksiya tezligiga reaksiyaga kirishayotgan moddalar konsentratsiyalarining ta'sirini birinchi bo'lib rus olimi Beketov N.N. aniqlagan. Bu bog'liqlik keyinchalik kimyoviy kinetikaning asosiy qonunini (ko'pincha ta'sir etuvchi masalalar qonuni) deb tariflandi.

Kimyoviy reaksiyalarning tezligi deganda sistemaning hajmi o'zgarmaganda reaksiyaga kirishayotgan moddalardan birining konsentratsiyasini vaqt birligi ichida o'zgarishi tushiniladi.

Bunda reaksiyada ishtirok etayotgan moddalarning qaysi biri haqida gap borayotganligining ahamiyati yo‘q: ularning hammasi bir-biri bilan tenglamasi orqali bog‘langan va moddalardan birining konsentratsiyasining o‘zgarishiga qarab qolgan barcha moddalar konsentratsiyalarining tegishlicha o‘zgarishi haqida fikr yuritish mumkin. Odatda konsentratsiya mol/l da, vaqt esa sekunt yoki minutda ifodalanadi.

Kimyoviy reaksiyaning tezligi vaqt o‘tishi bilan o‘zgaradi. Kimyoviy reaksiyaning tezligi reaksiyaga kirishayotgan moddalarning tabiatiga, reaksiyaning borish shart-sharoitlariga: konsentratsiya C ga, harorat T ga, katalizatorning ishtirok etish-etmasligiga, bosimga bog‘liq.

Qaytar reaksiyalarda aniqlanayotgan A modda V reagent bilan D va E mahsulotlarni hosil bo‘lishi natijasida sodir bo‘ladi:



A moddani V modda bilan o‘zaro ta’siridagi to‘g‘ri reaksiyaning tezligi doimiy haroratda ushbu moddalar konsentratsiyasiga to‘g‘ri proporsional bo‘ladi:

$$v_1 = k_1 [A] [V]$$

bu yerda : v_1 – to‘g‘ri reaksiyaning tezligi ;

k_1 -ta’sirlashayotgan moddalarni tabiatiga, haroratga va bosimga bog‘liq proporsionallik koeffitsiyenti (tezlik konstantasi);

$[A]$ va $[V]$ – A va V moddalarning molyar konsentratsiyasi .

D va E moddalarni o‘zaro ta’siridagi teskari jarayonning tezligi quyidagiga teng:

$$v_2 = k_2 [D] [E]$$

bu yerda: v_2 - teskari jarayonning tezligi ;

k_2 – ushbu jarayon uchun proporsionallik koeffitsiyenti (tezlik konstantasi);

$[D]$ va $[E]$ – D va E moddalarni molyar konsentratsiyasi.

Nazorat savollari:

1. Analitik reaksiyalar qaysi masalalarni yechishni o‘z ichiga oladi?
2. Tahlilda qo‘llaniladigan reaksiyalarni necha guruhlariga bo‘lish mumkin?
3. Qaytar va qaytmas reaksiyalar deb nimaga aytiladi?
4. Kimyoviy reaksiyalarning tezligi qachon o‘zgaradi?

3 - MA'RUZA. REAKSIYALARDA KIMYOVIY MUVOZANAT. ELEKTROLITLAR VA NOELEKTROLITLAR. AKTIVLANISH.

Reja: 1. Kimyoviy muvozanat.

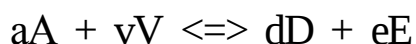
2. Ta'sir etuvchi moddalar qonuni qo'llanilish chegaralar.
3. Elektrolitlar va noelektrolitlar. Kuchli va kuchsiz elektrolitlar.
4. Aktivlanish energiyasi.

Kimyoviy muvozanat

Reaksiyaga kirishayotgan moddalar sistemasining to'g'ri va teskari reaksiyalarning tezligi o'zaro teng bo'lgan holati kimyoviy muvozanat deyiladi. Muvozanat holatida to'g'ri reaksiya ham teskari reaksiya ham to'xtamaydi. Shu sababli bunday muvozanat harakatdagi yoki dinamik muvozanat deyiladi. Ikkala reaksiyaning ta'siri bir-birini yo'qotgani sababli reaksion aralashmadagi sezilarli o'zgarishlar sodir bo'lmaydi. Reaksiya kirishayotgan barcha moddalarning boshlang'ich moddalarni ham, hosil bo'ladigan moddalarning ham konsentratsiyalari o'zgarmasligicha qoladi. Reaksiyaga kirishayotgan moddalarning kimyoviy muvozanat qaror topgandagi konsentratsiyasi muvozanat konsentratsiya deyiladi. Ular odatda reaksiyaga kirishayotgan moddalarning o'rta qavsga olingan formulalari bilan belgilanadi, masalan, $[H_2]$, $[N_2]$, $[NH_3]$, muvozanatmas konsentratsiyada esa C_{H_2} , C_{H_2} , C_{NH_3} kabi belgilanadi.

Kimyoviy muvozanat holatiga reaksiyaga kirishayotgan moddalarning konsentratsiyasi, harorati, gazsimon moddalar uchun esa bosim ta'sir etadi. Bu parametrlardan bittasi o'zgarganda muvozanat buziladi va reaksiyaga kirishayotgan barcha moddalarning konsentratsiyasi yangi muvozanat qaror topgunga qadar o'zgaraveradi, bu muvozanat konsentratsiyalarning boshqa qiymatlarida qaror topadi.

Ta'sir etuvchi moddalar qonuni qo'llanilish chegaralari



Reaksiya uchun muvozanat konstantasi quyidagi tenglik bilani fodalanadi:

$$[D]^d \cdot [E]^e / [A]^a \cdot [V]^v$$

Ushbu tenglikni faqat ideal eritmalar uchun qo'llash mumkin. Ko'pgina hollarda real eritmalar ideal eritmalar qonuniga to'liq amal qilinmaydi. Bu ko'pincha ideal va real gazlarni nisbatida kuzatiladi. Shuning uchun ta'sir etuvchi massalar qonuni qo'llanganda unchalik aniq

bo'lmagan natijalar olinadi, lekin ko'p tahlil turlarida bu natijalar aniq natijalar deb hisoblanadi. Ta'sir etuvchi massalar I – qonuni faqat noelektrolitlar va kuchsiz elektrolitlarni suvli eritmalaridagi aralashmalari uchun qo'llash mumkin. Hamma kuchli elektrolitlar (ishqorlar, kuchli kislotalar, tuzlar) va kuchsiz elektrolitlar kontsentrangan suvli eritmalaridagi aralashmasiga bu qonun ta'sir etmaydi.

Elektrolitlar va noelektrolitlar

Ba'zi moddalar erigan yoki suyuqlangan holatda elektr tokini o'tkazishi, bosh-qalari esa o'sha sharoitlarda tok o'tkazmasligi yaxshi ma'lum. Eritmalar yoki suyuqliklarda ionlarga ajraladigan va shu sababli elektr tokini o'tkazadigan moddalar elektrolitlar deyiladi.

Eritma yoki suyuqliklarda ionlarga ajralmaydigan va elektr tokini o'tkazmaydigan moddalar noelektrolitlar deyiladi.

Elektrolitlarga kislotalar, asoslar va deyarli barcha tuzlar, noelektrolitlarga - organik birikmalarning ko'pchiligi, shuningdek, molekulalarida faqat kovalent qutbsiz va kam qutbli bog'lanishlar bo'ladigan moddalar kiradi. Elektrolit moddalarni elektr tokini o'tkazish xossalari elektrogravimetriya, kulonometriya, potentsiometriya va boshqa tahlil turlarida ko'p qo'l keladi.

Kuchli va kuchsiz elektrolitlar

Elektrolitlarning ikki turli kuchli va kuchsiz elektrolitlar bo'ladi.

Kuchli elektrolitlarga suvda eriganda ionlarga to'liq, dissotsiyalanadigan moddalar kiradi. Ularga quyidagilar kiradi:

- 1) deyarli barcha tuzlar;
- 2) ko'pchilik mineral kislotalar, masalan : H_2SO_4 , HNO_3 , HCl , HBr , HJ , $HMnO_4$, $HClO_3$, $HClO_4$;
- 3) ishqoriy va ishqoriy er metallarining asoslari.

Kuchsiz elektrolitlar suvda eriganda ionlarga qisman dissotsiyalanadi. Ularga quyidagilar kiradi:

- 1) deyarli barcha organik kislotalar;
- 2) ba'zi mineral kislotalar, masalan: H_2SO_3 , H_2S , HNO_3 , $HClO$, H_2SiO_3
- 3) ko'pchilik metallarning asoslari (ishqoriy va ishqoriy yer metallaridan tashqari), shuningdek NH_4OH ;
- 4) suv.

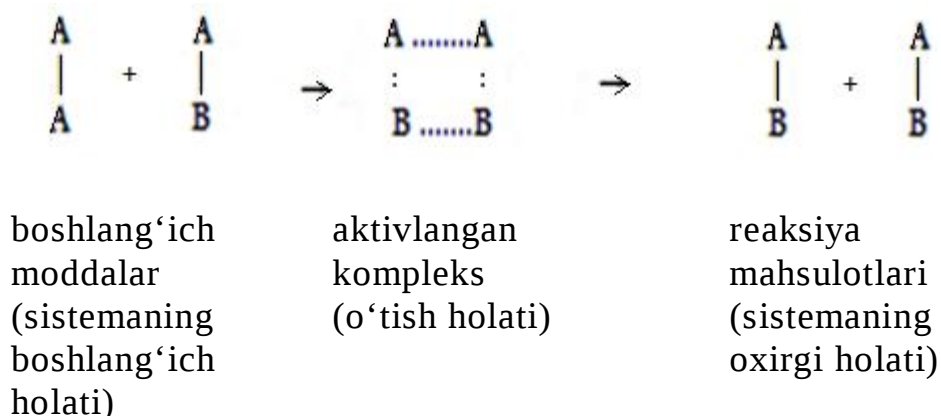
Kuchsiz elektrolitlar eritmalarida ionlarning katta konsentratsiyalarini hosil qila olmaydi .

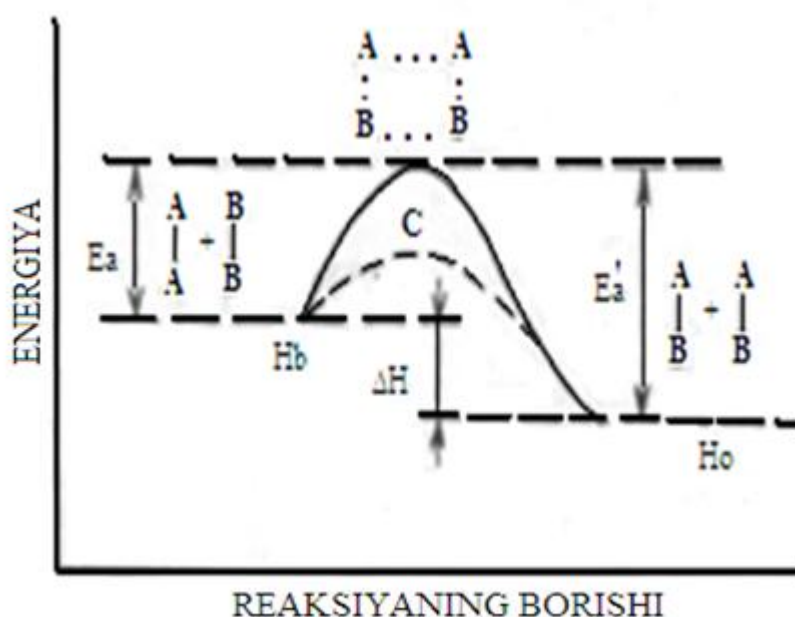
Aktivlanish energiyasi

Harorat o'zgarganida reaksiya tezligining tez o'zgarishini aktivlanish nazariyasi tushuntirib beradi. Bu nazariyaga muvofiq ushbu reaksiyani amalga oshirishga yetarli energiyasi bor aktiv molekulalar (zarrachalar) gina kimyoviy reaksiyaga kirishadi. Noaktiv zarrachalarga zaruriy qo'shimcha energiya berish yo'li bilan ularni aktiv zarrachalarga aylantirish mumkin - bu jarayon **aktivlanish** deyiladi. Aktivlanishning usullaridan biri Haroratni oshirish; Harorat ko'tarilganda aktiv zarrachalar soni ko'payadi, shu tufayli reaksiyalar tezligi keskin ortadi.

Reaksiya kirishadigan moddalar molekulalarini (zarrachalarini) aktiv zarrachalarga aylantirish uchun ularga berilishi lozim bo'lgan energiya aktivlanish energiyasi deyiladi. Bu energiya tajriba yo'li bilan hal qilinadi, E_a , harfi bilan belgilanadi va odatda kJ/mol'da ifodalanadi. Masalan, vodorod bilan yodning birikishi uchun ($H_2 + J_2 = 2HJ$) $E_a = 167,4$ kJ/mol, vodorod yodidining parchalanishi uchun ($2HJ = H_2 + J_2$) $E_a = 186,2$ kJ/mol.

Aktivlanish energiyasi E_a reaksiyaga kirishayotgan moddalarning tabiatiga bog'liq va har bir reaksiyaning xarakteristikasi hisoblanadi. Bu tasavvurlar $A_2 + B_2 = 2AB$ reaksiya misolida tushuntirib beriladi. Ordinatalar o'qi sistemaning potentsial energiyasini, abstsissalar o'qi reaksiyaning borishini ko'rsatadi. Boshlang'ich holat $\rightarrow$ o'tish holati $\rightarrow$ oxirgi holati. Reaksiyaga kirishayotgan A_2 va B_2 moddalar reaksiya mahsuloti AB ni hosil qilishi uchun ular energetik to'siq S ni yengib o'tishi kerak (1-rasm). Bunga aktivlanish energiyasi E_a sarflanadi va sistemaning energiyasi sarflangan energiya miqdori qadar ortadi. Bunda reaksiya jarayonida reaksiyaga kirishadigan moddalar zarrachalardan o'tish holati yoki aktivlangan kompleks deyiladigan beqaror oraliq birikma (C nuqtada) hosil bo'ladi, keyin uning parchalanishi oxirgi mahsulot AB ning hosil bo'lishiga olib keladi.





1-rasm. Reaksiyada kirishayotgan sistema energiyasining o'zgarishi:

H_{bosh} – boshlang'ich holat energiyasi (boshlang'ich moddalar);

H_{ox} – oxirgi holat energiyasi (reaksiya mahsuloti);

E_a – to'g'ri reaksiyaning aktivlanish energiyasi;

E'_a – teskari reaksiyaning aktivlanish energiyasi;

ΔH – reaksiyaning issiqlik effekti;

Agar aktivlangan kompleks parchalanganida zarrachalarni aktivlantirish uchun zaruridan ko'proq energiya chiqsa, reaksiya ekzotermik bo'ladi. Endotermik reaksiyaga teskari jarayon AB moddadan A_2 va B_2 moddalarning hosil bo'lishi $2AB = A_2 + B_2$ misol bo'la oladi. Bu holda aktivlangan, kompleks A_2B_2 hosil bo'ladi, lekin aktivlantirish energiyasi to'g'ri jarayonnikidan ko'p bo'ladi:

ΔH – reaksiyaning issiqlik effekti.

Endotermik reaksiyalarning borishi uchun tashqaridan energiya berish talab etiladi.

1-rasmda ko'rinib turibdiki, sistema oxirgi holatining energiyasi bilan (H_{ox}) boshlang'ich holatining energiyasi (H_{bosh}) orasidagi ayirma reaksiyaning issiqlik effektiga teng: $\Delta H = H_{\text{ox}} - H_{\text{bosh}}$

Reaksiyaning tezligi aktivlanish energiyasining qiymatiga bevosita bog'liq: agar u kichik bo'lsa, u holda ma'lum vaqt ichidagi reaksiyada ko'p sondagi zarrachalar energetik to'siqni yengib o'tadi va reaksiyaning tezligi yuqori bo'ladi lekin agar aktivlanish energiyasi katta bo'lsa, u holda reaksiya juda sekin boradi.

Ionlar o'zaro ta'sirlashganda aktivlanish energiyasi juda kichik bo'ladi va ionlar reaksiyalar juda katta tezlik bilan (amalda bir onda) boradi.

Gomogen va geterogen sistemalar

Ma'lum chegaralangan hajmdagi jismlar gruppasi sistema deyiladi. Sistemani tashkil qiluvchi moddalar bir-biriga ta'sir etib turadi. Sistema gomogen va geterogen qismlardan to'zilgan.

Gomogen sistemalar bir jinsli fazadan tashkil topgan. Bu sistemaga tuzlarni, kislotalarni, modalarni eritmalari, suyuqliklarni aralashmalari, aralashgan kristallar kiradi.

Geterogen sistema esa ikki yoki undan ortiq, fazadan tuzilgan. Har qaysi faza ionlari bir-biridan ajralgan bo'ladi. Masalan, suyuqlik va cho'kmadan tashkil topgan sistemada qattiq (cho'kma) va suyuq (to'yingan eritma) fazalar bir-biridan ajralib turadi.

Moddalarni tarkibini aniqlash maqsadida sifat va miqdoriy tahlil qilinadi.

Nazorat savollari:

1. Kimyoviy reaksiya deb nimaga aytiladi?
2. Elektrolitlarga qaysi moddalar kiradi?
3. Aktivlanish va aktivlanish energiyasi nima?
4. Gomogen va geterogen sistema deb nimaga aytiladi?

4 - MA'RUZA. ANALITIK TAHLILNING UMUMIY SXEMASI.

Reja: 1.Tahlilning bosqichlari.

- 2.Namunani o'rtacha holga keltirish va tortib olish.
3. Namunani parchalash, eritish.
- 4.Taqsimlash (aniqlanuvchi komponentni ajratish)

Istalgan tahlilni bajarishda quyidagi asosiy bosqichlarni ko'rsatish mumkin:

1. Saralash va namunalarni o'rtacha holga keltirish, hamda namuna tortimini olish;
2. Eritish, parchalash;
- 3.Taqsimlash (aniqlanuvchi komponentni ajratish) va konsentrlash (kohsentratsiyasini oshirish);
4. Miqdorini o'lchash;
5. Tahlilni natijasini hisoblash.

Bu holatlar har doim ham bir usulda qo'llanavermaydi. Ayrim vaqtlarda namunalarni eritish yoki komponentlarni oldindan ajratish zarur

bo'lovermaydi. Bunday bosqichlar masalan, metallar va qotishmalarni emission spektroskopik yoki bazi bir radiometrik usullarida tahlil qilish vaqtida zarur bo'lmaydi.

Analitik aniqlashning umumiy sxemasiga usulni tanlash va tahlil yo'lini asoslab berish bosqichlarini kiritish mumkin. Ammo, bir-biriga mos kelmaydigan ko'pgina talablar bu masalalarni umumlashtirib hal qilish imkoniyatiga to'sqinlik qiladi. Tahlil usulini tanlash hollarda namunadagi aniqlanuvchi komponentni taxminiy miqdori hamda undagi qoldiqqa bog'liq bo'ladi. Aniqlanishdagi xatolikning kattaligi, tahlil bajarish tezligi (vaqti) kerakli uskunalarning bo'lishi va bir qator boshqa faktorlarni ham hisobga olishga bog'liq bo'ladi.

Uskunalarini tanlashda tahlilning aniqlik talabiga, bajarilish tezligiga va tejamkorlikka etibor berish kerak.

Namunani o'rtacha holga keltirish va tortib olish

Ko'pincha ishlab chiqarish muassasalarida kimyoviy tahlilga keltirilgan xom ashyoni masalan, qandaydir ma'danlar, qo'shimcha materiallar, yonilg'i va hokazolarni o'rtacha tarkibli holga keltirish, talab qilinadi. Tahlil uchun laboratoriyaga keltirilgan namuna haqiqatan ham tahlil qilinuvchi materialning o'rtacha tarkibini qayd qiladigan ishonchli bo'lishi kerak. Tahlil keng ma'noda faqat tahlilga olingan modda tarkibini, ya'ni namunaning boshlang'ich tub mohiyatini tarkibini tashkil qilgan grammlar miqdori yoki gramm ulushini ko'rsatadi. Gazsimon yoki suyuq moddalardan ana shunday namuna olish nisbatan qiyin emas, chunki ular odatda gomogen holda bo'ladi. Ayniqsa tahlil qilinuvchi material qattiq holda, yirik bo'laklar yoki har xil kattalikda bo'lsa, u holda bunday operatsiyani bajarish ancha murakkab bo'ladi. Bunday katta hajmdagi tahlil qilinuvchi namunadan ishonchli namuna olish uchun yo'l qo'yilgan xatolikni eng oz miqdoriga keltirishga mo'ljallangan usullar ishlab chiqarilgan. Bu usullar qonun bo'yicha maxsus analitik GOSTga yoki namuna olish uchun alohida ko'rsatmani o'z ichiga oladi.

Namunalarni kimyoviy tarkibini, miqdorini tahlil qilishga kirishishdan avval, mazkur namunani diqqat bilan kuzatish, tahlil qilishga tayyorlash kerak. So'ngra tahlil qilishga kirishish mumkin. Aniqlanayotgan namunalarni tahlilga tayyorlash, tahlil qilishni butun bosqichlari ichida asosiy qismni tashkil etadi. Namunalarni tayyorlash namunani va tekshirish maqsadiga bog'liq. Aniqlanayotgan namuna qattiq (tuzlar, metallar, qotishmalar, rudalar, minerallar va hokazolar), suyuq (suyuqliklar va eritmalar) va gazsimon (individual gazlar yoki gaz aralashmalari)

bo'lishi mumkin.

Aniqlanayotgan namunani to'liq tahlil qilish uchun milligrammlar bilan o'lchanadigan juda oz miqdorini olish kifoya qiladi. Juda ko'p vaqtlarda ko'p miqdordagi moddani o'rtacha tarkibini aniqlash kerak bo'ladi. Bunday paytlarda aniqlash uchun olingan oz miqdordagi namuna butun moddani o'rtacha tarkibiga mos kelishi kerak. Oz miqdordagi, butun moddaning kimyoviy tarkibiga va xususiyatiga javob beradigan namuna, o'rtacha namuna deyiladi. Kukun shaklidagi moddalardan o'rtacha namuna olishni bir necha maxsus usullari mavjud. Agar modda qattiq shaklda bo'lsa, u maxsus tegirmonlarda yoki havonchalarda maydalanadi, g'alvirdan o'tkaziladi, so'ngra yaxshilab aralashtirilib, maxsus usullarda o'rtacha namuna olinadi. Agarda tahlil uchun suyuqlik olingan bo'lsa, u yaxshilab aralashtiriladi, so'ngra ma'lum bir qismi olinadi. Olingan namunalar tahlil tugallangandan so'ng saqlab qo'yiladi.

Texnik tahlil o'zida ikkita majburiy operatsiyani mujassamlagan:

- 1) tahlil qilish uchun namunalar olish;
- 2) olingan namunalarni tahlil qilish.

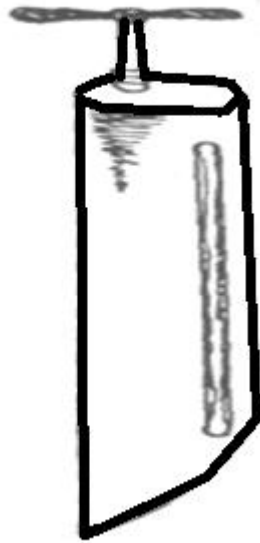
Namuna olish asosiy va javobgarlikka katta ish hisoblanadi. Tahlil uchun bir gramm atrofida namuna olinadi va ushbu olingan namuna 100 tonnagacha bo'lgan material bilan tarkibi bir xil bo'lishi kerak.

Noto'g'ri olingan namuna butun tarkibni xususiyatiga ta'sir qiladi va olingan natija hech qanday ahamiyatga ega bo'lmaydi. Namuna olish usullari turli xil bo'lib, moddaning agregat holatiga (qattiq, suyuq yoki gazsimon) va bir jinslilik darajasiga bog'liq. Modda qancha bir jinsli bo'lsa shuncha o'rtacha namuna olish oson kechadi, ya'ni modda tarkibida elementlar soni qabcha bir xil bo'lsa, namuna olish osonlashadi. Bir jinsli moddalarni turli joydan hoxlagan miqdorda namuna olib tahlilda to'g'ri natijalar olish mumkin.

Tahlilga olingan namunalar birlamchi, laboratoriya va analitik namunalariga bo'linadi.

Sochiluvchan materiallardan birlamchi namuna olish sharoitga bog'liq. Saqlash joylaridan (omborlardan, taxlab qo'yilgan yuklardan, uyumlardan) tashish joylaridan, yuklashdan vagonga joylashdan birlamchi namuna olish maxsus uskunalarda bajariladi.

Namunalarni quyidagi maxsus uskunalaridan olinadi: belkuraklar, hokondoqlar, turli xil mexanik namuna olgichlar va boshqalar. Qoplar, bochkalar, yashiklarda joylashgan kukunsimon materiallardan namuna maxsus qalamchalarda (shuplarda) (4.1-rasm) olinadi.



4.1-rasm. Sochiluvchan materiallardan namuna olish uchun qalamcha.

Qalamcha ingichka temir yoki mis nov bo'lib, uni bir tomoni uchqurlangan ikkinchi uchini esa dastagi bo'ladi. Tahlil uchun namuna olishda qalamcha vertical yoki gorizontal holda aniqlanishi kerak bo'lgan materiallar kiritiladi. Bunda qalamcha noviga sochiluvchan materiallar kiradi, so'ngra qalamcha tortib olinadi.

Birlamchi namunani laboratoriya namunasiga ajratishda quyidagi qoidalariga amal qilinadi:

1. Birlamchi namuna zich yopiladigan, tashishga qulay idishga olinadi va issitilmaydigan joyda yahshi yopiladigan yashiklar ichida saqlanadi. Birlamchi namunani saqlash muddati bir sutkadan oshmasligi kerak;

2. Namuna namligi o'zgaruvcha bo'lishi mumkin, shuning uchun namunani ajratish tez bajarilishi kerak;

3. Maydalash moslamalarini materiallari mustahkam bo'lishi kerak, chunki tahlil qilinadigan namunaga moslama detallarini yoyilishidan, qirilishidan hosil bo'lgan zarrachalar aralashmasligi kerak;

4. Namunadan olingan porsiyalarni har birini o'lchami va tarkibi bo'yicha bir xil bo'lishi kerak;

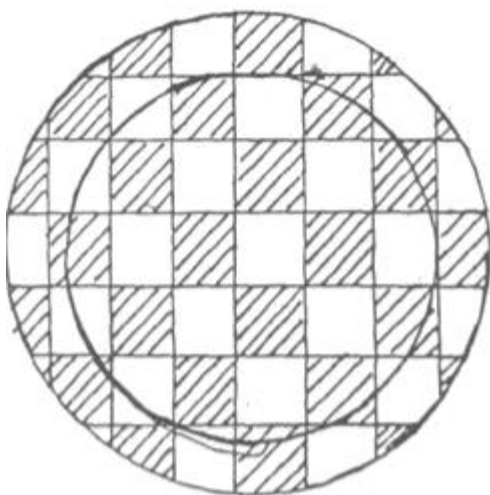
5. Bo'lak-bo'lak jismlarni hammasini maydalash kerak, bunda qiyin maydalanuvchan bo'laklarni tashlab yuborish ruxsat etilmaydi.

Namunalarni tahlil qilishdagi keyingi operatsiya aralashtirishdir. Aralashtirishni bir necha usullari mavjud. Bular asosan mexanik va qo'l kuchi usullariga bo'linadi. Aralashtirilgan namunadan laboratoriyada tahlil qilish uchun ma'lum qismi olinadi. Bu jarayon namunalarni tahlilga tayyorlashning asosiy qismlaridan hisoblanadi.

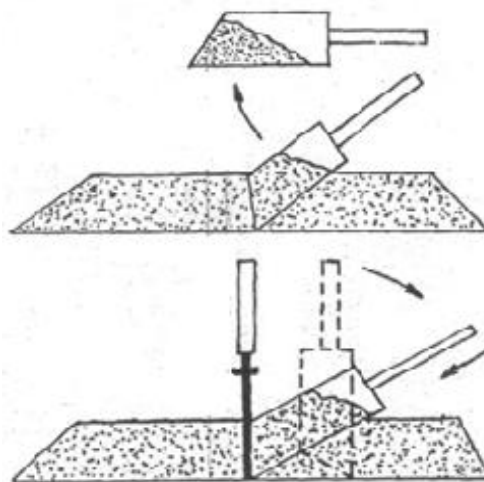
Ushbu jarayon quyidagicha bajariladi:

Namuna tekis joyga yoyilib, 15-20 teng kvadratlarga bo'linadi. Bunda kvadratlarning tomonlari 50 mm dan bo'lishi kerak (4.2-a rasm); shaxmat

tartibi bo'yicha diagonallardan, bor chuqurlikda hakondoza namuna olinadi; hakondoza dastavval yoyilgan namunaga vertikal holatda qo'yiladi, so'ngra ushlaydigan qismi pastga bosilib, kvadrat ichidagi namunani iloji boricha hammasi olinadi (4.2-b rasm).



a)



b)

4.2-rasm. Laboratoriyaga jo'natish uchun namuna olish sxemasi:

a- kvadratga bo'lingan uyum;

b- hakondoza bilan namuna olish.

Bunday materiallardan ishonchli namuna olishning keng tarqalgan yo'llaridan biri, bir xil tarkibli moddani tahlil qilinuvchi materialning turli uzluksiz tartibda olish hisoblanadi. Laboratoriyaga keltirilgan ishonchli namuna nisbatan katta massaga ega bo'ladi. Uni maxsus tegirmonda yoki boshqa yo'l bilan maydalanadi, hamda kvartovaniya usuli bilan namuna oluvchi avtomatdan foydalanib o'rtacha namuna olinadi. Namuna saralash vaqtiga uni kvadrat holida yoyiladi va diagonal ko'rinishida to'rtburchakka bo'linadi. Ikkita qarama-qarshi tomoni tashlab yuboriladi. Boshqa ikki bo'lagi esa birlashtiriladi, maydalanadi va qaytadan kvadrat holiga to'rt qismga bo'linadi. Ikkita qarama-qarshi tomoni yana tashlab yuboriladi va ushbu operatsiya materialning ko'rinishiga qarab bir necha 10 grammdan 1kg gacha bo'lgan o'rtacha namuna shakliga keltiriladi. Ushbu namuna maydalanadi, elanadi va og'zi shliftli zich idishga solinadi. Namunani tahlilga olishdan oldin uni bir qismi agat hovonchada qayta maydalanadi.

Metall holdagi nusxadan namuna olishda undan stanokda un yoki qirindi hosil qilinadi.

O'rtacha namuna olishga alohida ahamiyat berish kerak. Agar ular tasodifiy tarkibli namunadan iborat bo'lsa, u holda tahlil natijasi o'z ahamiyatini yo'qotadi. V.F.Gillebrand, G.E.Landellarni «Anorganik tahlil bo'yicha amaliy qo'llanma» fundamental kitobi va boshqalarning tasdiqlashicha tahlilga olinadigan modda nusxasi ba'zan tahlilni bajarishga nisbatan eng muhim operatsiya hisoblanadi. Masalan: boshlang'ich xomashyo komponenti haqida noto'g'ri, to'liq bo'lmagan axborot va namuna noto'g'ri olish hisobiga texnologik jarayonlar birmuncha qiyin, ayrim hollarda umuman teskari tomonga borishi mumkin.

Tayyorlangan o'rtacha namunadan odatda analitik tarozida tahlil uchun

5gr namuna olinadi. Uning uchun namunadagi aniqlanuvchi modda miqdoriy tahlilda qo'llaniladigan usulning ham xususiyatini hisobga olish kerak. Jarayon masalan granulometrik usulda bajarish kerak bo'lsa, tahlilga olinadigan namunani shunday hisoblash kerakki, cho'kma massasi 0,05 dan 0,3 gramm oralig'ida bo'lsin. Massasi kamaytirilsa tortish aktida yo'l qo'yilgan nisbiy xatolik ham sezilarli darajada ortadi. Cho'kma massasining katta bo'lishini hisobga olinmasa tahlilning bajarish vaqti cho'zilishi mumkin. Tayyorlangan analitik natijalarning qayd qilishda namuna massasi yoki odatda uni hisoblash yo'li ko'rsatiladi. Odatda havoda quritilgan gidroskopik (nam tortish) bo'lmagan namunalarni tortish unchalik ehtiyotkorlikni talab qilmaydi. Tortish vaqtida namuna gidroskopik bo'lsa, namunani olish choralari analitik yozuvlarda qayd qilinadi.

Namunani parchalash, eritish

Bunday operatsiyani bajarishda namunaning barcha komponentlarini eritma holiga aylantirishga harakat qilinadi va qizdirish yoki eritish bilan bog'liq bo'lgan operatsiyalarda, uning yo'qolishiga yo'l qo'yilmaydi. Qattiq modda tortimini eritish uchun qo'shimcha qum yoki suv hammomida qizdirish yo'li bilan mineral kislotalarda ishlanadi. Ko'pincha kislotalar aralashmasi, masalan, podsho arog'i (konsentrlangan neytrat va xlorid kislotalar arashmasi) yoki kislalani oksidlovchi bilan (vodorod oksid, brom) yoki kamdan-kam kislotalarni qaytaruvchilar bilan aralashmasi qo'llaniladi. Agar namunadagi asosiy komponentlar taxminan ma'lum bo'lsa, erituvchi tayyorlash osonlashadi. Ko'pchilik sulfidli ma'danlar xlorid kislotalarda qizdirish bilan ishlanadi, so'ng nitrat va xlorid kislotalardan yana yangi porsiya qo'shiladi. Namunani parchalashni sulfat

kislotada isitish bilan tugatiladi. Ma'dan tarkibidagi qo'rg'oshin, mis va boshqa metallarni aniqlashda shu usuldan foydalaniladi. Agar oltingugurt aniqlanishi kerak bo'lsa, u holda namuna to'tovchi neytrat kislota bilan, vaqtlarda sulfidni sulfatgacha oksidlash uchun brom qo'shib ishlatiladi. Bunda oltingugurtni vodood sulfid holda yo'qolishiga yo'l qo'ymaslik kerak.

Surma, arsen, germaniy va boshqa bazi bir elementlarni aniqlashda namunani dastlab xlorid kislota bilan ishlashdan voz kechish kerak, umuman xlorid kislotali eritmani isitish kerak emas, agar bu elementlarni isitmasdan bajarish mumkin bo'lmasa, u holda teskari sovitgich orqali xloridlar uchuvchanligining oldi olinadi va xatolikka yo'l qo'yilmaydi.

Eritishda kislotalarni qaytaruvchilik xossasidan kamdan-kam foydalaniladi. Bunga misol qilib piroyo'zit MnO_2 va boshqa oksidlangan ma'danlarni xlorid kislotada eritishni keltirish mumkin. Bunday vaqtlarda piroyo'zit tortimi erkin xlorid ajralib bo'lgunga qadar xlorid kislota bilan ishlanadi.

Namuna tarkibida organik moddalar va eng asosiysi tabiiy chiqindilarning bo'lishi ko'pincha anorganik moddalar tahlilini qiyinlashtiradi. Chunki organik moddalar aniqlanayotgan polimer bilan kompleks hosil qilishi mumkin. Bular esa cho'kma vujudga kelishiga qarshilik ko'rsatishi yoki boshqa analitik usullar samarasini kamaytirish mumkin. Shunday qilib tahlilni olib borish uchun namunadagi organik jismlarni butunlay parchalash kerak bo'ladi. Parchalash "quruq" yoki "ho'l" usul orqali olib boriladi. "Quruq" usulga namunani yuqori haroratdagi gaz alangasida yoki mufel pechida, naysimon pechda parchalashlar kiradi. "Ho'l" usul bilan namuna uzoq vaqtgacha konsentrlangan nitrat kislota yoki nitrat kislotani sulfat kislota bilan aralashmasi, ba'zida oksidlovchi (xlorat, permanganat) lar bilan parchalanadi.

Moddalarni parchalash uchun erituvchi bilan ishlash yetarli bo'lmaydi. Bunday hollarda namunani aniqlashda turli erituvchilar bilan qizdirib suyultiriladi. Erituvchilar sifatida ishqoriy metall birikmalari ularning korbanatlari, boratlari, peroksidlari va boshqalar (ishqorli qizdirish) yoki gidrofosfatlar, piro-sulfatlar (kislotali qizdirish ishlatiladi).

Taqsimlash (aniqlanuvchi komponentni ajratish)

Bu usul aniqlanadigan va xalaqit beradigan modda xossasiga, hamda tahlil usullarini tanlashga ham bog'liq. Moddalarni aniqlanuvchi komponentlarini ajratishda va kohsentratsiyasini oshirishda, amaliy

ishlarda kimyoviy, fizikaviy va fizika-kimyoviy usullardan foydalaniladi. Keyinchalik bu usullarda aniqlanuvchi komponentlarni ajratishni va kohsentratsiyasini oshirishni to'liqroq ko'rib chiqamiz .

Miqdoriy o'lchash

Miqdoriy o'lchashda analitik signal jadalligi, yani tahlil qilinuvchi modda komponent miqdori bilan uning xossasini o'zaro bog'liqligi aniqlanadi. Gravimetrik tahlilda analitik signal jadalligi, quritilgan yoki cho'g'lantirilgan cho'kma massasi, titrometrik tahlilda reaksiyaga sarflangan eritma hajmi, fotometrik usulda eritma rangining jadalligi (optik zichligi) va hokazolar hisoblanadi. Namunadagi komponent miqdori tenglama bo'yicha hisoblanadi. Bog'lanish tenglamasidan olingan natija orqali namunadagi tahlil qilinuvchi element miqdori quyidagi tenglama bo'yicha o'lchanadi:

$$P = f(c)$$

bunda, P - analitik signal jadalligi;

c - kohsentratsiya.

Funksional bog'liqlikning ko'rinishi asosan analitik signal xususiyati bilan aniqlanadi. Bog'liqlik chiziqli, logarifmli va hokazo ko'rinishlarda ham bo'lishi mumkin. Bog'liqlik tenglamasi sifatida nazariy asoslangan va empirik (tajribalarga asoslangan) usulda topilgan signal jadalligi bilan kohsentratsiya oralig'idagi bog'liqlik ishlatilish mumkin.

Tahlil natijalarini hisoblash.

Bu bosqich tahlilning oxirgi bosqichi hisoblanadi. Tahlil natijalarini hisoblash uncha murakkab bo'lmagan formulalardan foydalanishga asoslangan, odatda tahlil natijalarini hisoblashlar qat'iy muayyan qiyinchiliklar keltirmaydi. Shunga qaramay bu bosqichda ehtiyotkorlikka katta e'tibor berishni talab qiladi. Tahlil natijalarini hisoblashlarda yo'l qo'yiladigan xatoliklar tahlilni etiborsiz va noto'g'ri bajarish ham huddi shunday noto'g'ri natijalarga olib keladi.

Nazorat savollari

1. Tahlilni bajarish bosqichlari necha xil bo'ladi?
2. Namunani o'rtacha holga keltirishdan maqsad nima?
3. Parchalash qaysi usul orqali olib boriladi?
4. Analitik signal jadalligi formulasini yozing.

5 - MA'RUZA. SIFAT TAHLILNING MAQSADI VAZIFALARI VA USULLARI

- Reja:**
1. Sifat tahlilning asoschilari.
 2. Sifat tahlilning maqsadi.
 3. Sifat tahlilning amaliyotda qo'llanilishi.
 4. Sifat tahlilning muhim xususiyatlari.

Sifat tahlilining asoschisi deb ingliz kimyogari va fizikagi Robert Boyl hisoblanadi. U kimyoviy tahlilni umumiy tushunchalarini yaratdi va o'sha paytda aniq bo'lgan sifat reaksiyalarini bir sistemaga keltiradi. Xlor, ammiak, sulfatlar uchun reaksiyalar taklif qildi va kislota asoslarda indikator sifatida hozirga qadar ishlatilib kelinayotgan lakmusni birinchi marta ishlatdi.

Shved olimi T.O. Bergman hozirgi kungacha saqlanib kelgan, sifat tahlilning tartibli borishini ishlab chiqqan. U tahlilning quruq usulini takomillashtirdi. Bunda T.O.Bergman kalil trubkasini qo'lladi.

Fransuz olimi L. J. Tenar birinchi marta amaliyotda tahlilni umumiy tartibli borishini qo'lladi. U oltingugurtli birikmalarda kationlarni xususiyatiga ko'ra bo'linishiga asoslangan tahlilni, tartibli borishi o'rganilgan analitik kimyo haqida kitob yozdi. Keyinchalik tahlil usullari juda tezlik bilan rivojlandi va takomillashdi. Murakkab moddalarning tarkibini aniqlaydigan, yangi kimyoviy elementlar kashf qiladigan va ularni atom og'irliklarini o'lchaydigan yangi usullar vujudga keldi. Bu yo'nalishni takomillashtirishga shved olimi I. YA. Bertselius katta hissa qo'shdi. Seziy, selen, toriy va tantal elementlarini kashf qilinishi shu olim nomi bilan bog'langan.

Sifat tahlil natijasida tekshirilayotgan namuna (element, modda, eritma, jism) qanday kimyoviy elementlardan, qanday ionlardan tashkil topganligining, uni tarkibiga qanday atom yoki molekulalar guruhlar kirishini aniqlash mumkin. Bundan tashqari bu usul tekshirilayotgan namunaning tarkibiy qismlarini va struktura tuzilishini juda katta aniqlik aniqlashga yordam beradi. Buning uchun kimyoviy, fizikaviy va fizika - kimyoviy (instrumental) tahlil usullari qo'llaniladi.

Sifat tahlil quyidagilarni yechishni o'z ichiga oladi:

1. Berilgan moddani tabiatini (organik yoki neorganikligini);
2. Tahlil qilinayotgan moddaning turini (kislota, tuz, asos, kompleks birikma va hokazo);
3. Noma'lum moddaning atom, molekulyar, ion tarkibini aniqlashni;

4. Aniqlanayotgan moddani tarkibiy qismlarga ajratishni (kationlarga va anionlarga);

5. Tabiiy birikma va texnik materiallardagi (masalan, rudadagi kontsentratsdagi, qotishmadagi va hokazolardagi aniqlanayotgan kimyoviy elementni topishni;

6. Aniqlanayotgan mahsulotdagi kimyoviy birikmalarni aniqlashni (masalan, gazlardagi, suyuqliklardagi, qattiq jismlardagi suvni, suv va havodagi ammiakni va hokazolarni);

7. Birikmalardagi element yoki birikma aralashmalarini aniqlashni. Masalan, po'latdagi oltingugurt va fosfor, silikatlardagi temir, sulfat kislotadagi qo'rg'oshin ionlarini, yuqori tozalikdagi alyuminiy qotishmalardagi galliy, vismut, surmani, tabiiy muhitdagi zararli aralashmalarni va hokazolarni;

Noma'lum namunani tarkibi o'rganilayotganda sifat tahlil har doim miqdoriy tahlilga ta'sir etadi. Ya'ni namunani miqdoriy tarkibini aniqlash, uni sifat tahlil qilganda qanday usullardan foydalanganligi va tahlildan olingan natijalarga bog'liq bo'ladi.

Sifat tahlil aniqlanayotgan moddani analitik alomatlariga, kimyoviy o'zgarishiga, uni xususiyatiga (rangi, fizik tuzilishiga, kristall yoki amorf strukturasiga, o'ziga xos hidiga va hokozolariga) asoslanadi.

Analitik alomatlariga moddalarni cho'kmaga tushishi, gazga aylanishi kabi xarakterli xususiyatlaridan tashqari quyidagilar kiradi:

1. Suvda, kislotada, ishqorda, organik eritmalarda eruvchanligi;

2. Qizdirishga (qisman va butunlay), qizdirib o'chirishga, termik parchalashga va ko'mirga aylantirishga munosabati;

3. Oksidlovchilarga, tiklovchilarga va kontsentrangan sulfat kislotaga ta'sirchanligi;

4. Eritmaning rangini o'zgarishiga;

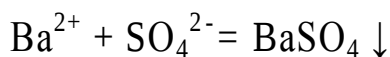
5. Yondirgich (gorelka) ning rangsiz olovini rangini o'zgarishiga;

6. Ma'lum formadagi kristallarni hosil qilishiga;

7. Erituvchilar (Na_2CO_3 , $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) bilan qizdirganda o'zgarishi va hokozolar.

Masalan, bariy sulfat uchun quyidagilar analitik alomat oq rang, suvda, kislotada va asosda erimasligi, CaC_2O_4 uchun oq rang, suvda va mineral kislotalarda erimasligi, $\text{CaCO}_3 + \text{CO}$ da termik parchalanishi; kristallogidratlar uchun qizdirilganda suvni ajralishi; organik birikmalar uchun toblanganda ko'mirga aylanishi; oksidlovchilar uchun ularga ta'sir ettirilganda neytral yoki nordon eritmalarda yodni ajralishi; karbonatlar uchun ularga kislotalar ta'sir ettirilganda uglerod (II) oksidini ajralishi;

Ba²⁺ ioni uchun unga SO₄²⁻ ta'sir ettirilganda cho'kmaga BaSO₄ shaklida tushishi:

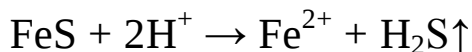


ammiak uchun o'tkir hidi; ayrim metallar (mis, oltin, temir) uchun o'ziga xos rangi; alyuminiy uchun massasi hisoblanadi.

Kimyoviy xususiyatlari bir-biriga juda yaqin bir qncha moddalarni aralashmalari tahlil qilinganda, ularni dastavval tarkibiy qismlarga ajratiladi. Shundan so'ngra alohida ionlarga (moddalarga) xususiyatli reaksiyalar ta'sir ettiriladi. Shuning uchun sifat tahlili moddalarni (ionlarni) alohida reaksiyalarni aniqlashdan tashqari, bu moddalarni tarkibiy qismlarga ajratish usullarini ham o'z ichiga oladi.

Sifat tahlilda aniqlanayotgan namunani tarkibini aniqlashda, ushbu namunani xususiyatli kimyoviy yoki fizikaviy xususiyatlari ishlatiladi. Bunda aniqlanayotgan namuna tarkibidagi elementni nemetall ajratish sifat tahlilda ularni identifikatsiya toza holda ajratishga hojat qolmaydi. Lekin metallarni, qilish uchun ishlatiladi, biroq tahlil usuli bu yo'li juda qiyin. Alohida elementlarni aniqlashda kimyoviy reaksiyalarga asoslangan juda oddiy va qulay usullar ishlatiladi. Bu reaksiyalar elementlarni ionlari uchun xususiyatli va aniq belgilangan sharoitda utadi.

Temir (II) sulfidida oltingugurtni aniqlash uchun, aniqlanayotgan modda namunasiga xlor vodorod kislotasi ta'sir ettiriladi. Bunda temir (II) sulfid eriydi va reaksiya natijasida hosil bo'ladigan oltingugurt vodorodni hidini sezish mumkin:



Sifat tahlilning eng muhim xususiyatlari quyidagilardan iborat:

1. O'ziga xoslik, ya'ni aniqlanayotgan komponentni boshqa aralashmalar ishtirokida aniqlash;

2. Sezgirlik (aniqlanish chegarasi) nihoyatda kam miqdordagi yoki konsentratsiyadagi komponentlarni aniqlash.

Sifat tahlilning bir necha usullari amaliyotda keng qo'llaniladi. Ular quyidagilardir:

1. "Ho'l" va "quruq" tahlil.
2. Kimyoviy tahlil.
3. Fizikaviy tahlil.
4. Makro-yarim mikro va mikro tahlil usullari.
5. Tomchi tahlil.
6. Mikrokristalloskopik tahlil.
7. Kukunlarni surkash, ishqalanish usuli.

8. Moddalarni qizdirish va eritishga asoslangan tahlil usullari.
9. Spektral sifat tahlil.
10. Xromatografik tahlil usullari.
11. Kinetik tahlil.

Nazorat savollari

1. Sifat tahlilning asoschilarini kimlar?
2. Sifat tahlil nimalarni yechishni o'z ichiga oladi?
3. Amaliyotda sifat tahlilning qaysi usullaridan keng qo'llaniladi?
4. Sifat tahlilning eng muhim xususiyatlarini nimadan iborat?

6- MA'RUZA. SIFAT TAHLILNING TURLARI, KIMYOVIY VA FIZIKAVIY USULLARI

- Reja:**
1. Sifat tahlilning turlari.
 2. Tahlilni kimyoviy va fizikaviy usullari.
 3. Makro, yarim mikro va mikro tahlil usullari.
 4. Tomchi tahlil usullari.

Sifat tahlilning turlari: Kimyoviy tahlilida moddani aniqlash eritmalarda olib borilsa **“ho‘l”** tahlil usuli deyiladi. Buning uchun aniqlanayotgan namuna eritma holiga o'tkaziladi, so'ngra hosil bo'lgan eritmaga kerakli reaksiyalar ta'sir ettiriladi. Aniqlanayotgan eritmani eritma holiga o'tkazishda disterlangan suvdan, uksus va mineral kislotalardan, ammiakni suvli eritmasidan, organik erituvchilardan foydalaniladi. Bir qancha sharoitlarda aniqlanayotgan namuna **“quruq”** tahlil yo'li bilan tahlil qilinadi. Bunda aniqlanayotgan namuna eritma holiga o'tkazilmaydi balki namuna tashqi kurinishiga, uchuvchanligiga egiluvchanligiga, tok o'tkaziluvchanligiga, qizdirilganda olov ta'sir ettirilganda o'zgarishlariga qarab tahlil qilinadi. Moddalarni tarkibini aniqlash ularni kimyoviy xususiyatlaridan foydalanilsa, tahlilning **kimyoviy usuli** deyiladi. Tahlilning kimyoviy usuli amaliyotda keng qo'llaniladi. Lekin ularni bir qancha kamchiliklari mavjud, ya'ni ayrim hollarda namunani tarkibini aniqlash uchun aralashmalardan ajratish va toza holga keltirish kerak bo'ladi. Kimyoviy reaksiyalardan foydalanmay aniqlanayotgan na'muna tarkibini aniqlaydigan tahlil usullari **fizikaviy tahlil** usullari deyiladi. Fizikaviy tahlil usullariga aniqlanayotgan

moddaning optik, elektro, magnit, issiqlik va boshqa fizikaviy xususiyatlarini o'rganishga asoslangan usullar kiradi. Oz miqdordagi namunani tahlil qilish ya'ni 0,1 grammdan kam bo'lmagan moddani 1 ml. eritma qo'shib tahlil qilish **makro usul**, bundan ham kam miqdordagi namunani tahlil qilish **mikro tahlil** usuli deyiladi. Tomchi tahlil qilinganda kapilyarlik (g'ovaklik) va yuzaga singish (yutilish) hodisalari yordamida, bir paytda ishtirok etadigan turli xil ionlarni aniqlash va ajratish mumkin. Tomchi tahlilda alohida reaksiyalar farfor, shisha plastinkalarda yoki filtr qog'ozda amalga oshiriladi.

Mikrokristalloskopik tahlil kristal shaklli birikma hosil qiladigan reaksiyalar yordamida kationlar va anionlarni aniqlashga asoslangan va hosil bo'lgan kristallar mikroskopdan foydalanib kuzatiladi, bunda juda oz miqdordagi moddalarni ham tekshirish mumkin va vaqt juda oz sarf bo'ladi. Bir qancha elementdarni aniqlash uchun ya'ni poroshoksimon aniqlanayotgan modda qattiq reagent bilan farfor plastinkaga surkaladi. Aniqlanayotgan element rangi va hidi bilan ajralib tura-digan, xususiyatli birikmalar hosil bo'lishiga qarab aniqlanadi. Moddani **qizdirish** va **eritishga** asoslangan tahlil usulida aniqlanayotgan moddani o'zi yoki biror reagent bilan birgalikda qizdiriladi yoki eritiladi, bunda moddaning rangi o'zgarishi, gazsimon maxsulot ajralishi mumkin. Metallarni qizdirganda g'orelkani rangga bo'yashidan ajratish mumkin: K-binafsha, Na – sariq, Ca - g'isht rangiga o'xshash qizil, Ba - sarg'ish yashil, Si - yashil rang beradi. Spektral sifat tahlil xir bir elementning o'ziga xos chiziqlari spektr hosil qilib nurlanishiga asoslangan. Xromotografik tahlil usuli turli konsentratsiyalarda olingan anorganik va organik qattiq, suyuq hamda gazsimon moddalarni ajratish va aniqlashda imkon beradi.

"ho'l" va "quruq" usullar.

Kimyoviy tahlilda moddani aniqlash eritmalarda olib borilsa "ho'l" tahlil usuli deyiladi.

Buning uchun aniqlanayotgan namuna eritma holiga o'tqaziladi, so'ngra hosil bo'lgan eritmaga kerakli reaksiyalar ta'sir ettiriladi. Aniqlanayotgan namunani eritma holiga o'tkazishda distillirlangan suvdan, uksus va mineral kislotalardan, podsho arog'idan, ammiakni suvli eritmasidan, organik erituvchilardan va hakovzoldan foydalaniladi.

Ishlatilayotgan erituvchilarni tozaligi tahlilda to'g'ri natijalar olishning eng asosiy ko'rsatgichi hisoblanadi. Chunki keyingi tahlillarga erituvchi tarkibdagi aralashmalar halaqit beradi. Temir (III) ionini kaliy (II) geksasianoferrat va NH_4 lar yordamida aniqlash usuli "ho'l" tahlil

usuliga misol bo'ladi.

Bir qancha sharoitlarda aniqlanayotgan namuna "quruq" tahlil yo'li bilan tahlil qilinadi. Bunda aniqlanayotgan namuna eritma holiga o'tqazilmaydi, balki namunani tashqi ko'rinishiga, uchuvchanligiga, egiluvchanligiga, tok o'tqazuvchanligiga, qizdirilganda olov ta'sir ettirilganda o'zgarishlariga qarab tahlil qilinadi.

Masalan, paramolibdat ammoniv tarkibida mis borligini aniqlash uchun, u olovda qizdirladi. Qizdirish natijasida paramolibdat ammoniv tarkibida mis bo'lsa, u qora rang beradi. Aks holda paramolibdat ammoniv o'zgarishsiz qoladi.

Tahlilni kimyoviv usullari

Moddalarni tarkibini aniqlashda ularni kimyoviv xususiyatlaridan foydalanilsa, tahlilni kimyoviv usullari deyiladi.

Tahlilni kimyoviv usullari amaliyotda keng qo'llaniladi. Lekin ularni bir qancha kamchiliklari mavjud, ya'ni ayrim hollarda namunani tarkibini aniqlash uchun aralashmalardan ajratish va toza holga keltirish kerak bo'ladi. Moddalarni toza holga keltirish juda katta qiyinchiliklar tug'diradi, ayrim hollarda esa bajarib bo'lmaydigan masala hisoblanadi. Bundan tashqari aniqlanayotgan namunadan aralashmalarning miqdori oz (10% dan kam) bo'lsa, aniqlanayotgan namunadan tahlil uchun ko'p miqdorda olishga to'g'ri keladi.

Tahlilni fizikaviv usullari.

Kimyoviv reaksiyalardan foydalanmay aniqlanayotgan namuna tarkibini aniqlaydigan tahlil usullari fizikaviy tahlil usullari deyiladi. Fizikaviy tahlil usullariga aniqlanayotgan moddaning optik, elektro, magnit, issiqlik va boshqa fizikaviy xususiyatlarini o'rganishga asoslangan usullar kiradi.

Keng qo'llaniladigan sifat tahlilning fizikaviy usullariga quyidagilarni kiritish mumkin:

1. Spektral sifat tahlil.
2. Lyuminessent (fluorescent) sifat tahlil.
3. Rentgen tizimli tahlil.
4. Mass - spektrometrik tahlil.

Spektral sifat tahlil aniqlanayotgan namuna tarkibiga kiradigan elementlarni emission spektrlarini kuzatishga asoslangan.

Lyuminessent tahlil aniqlanayotgan namunada ultrabinafsha nurlar ta'sirida yuzaga keladigan flyuminessensiyaning (yorug'likni nurlanishini)

kuzatishga asoslangan. Ushbu usul tabiiy organik birikmalarni, minerallarni, bir qancha elementlarni tahlil qilishda qo'llaniladi.

Rentgen tizimli tahlilda rentgen nurlari yordamida atomlar (yoki ionlar) o'lchamlarini va ularni aniqlanayotgan namunadagi o'zaro joylashishini aniqlaydi. Ya'ni, modda tarkibini va undagi aralashmalarini kristallik panjaralarining strukturasi aniqlash mumkin. Bu usul moddani kimyoviy qayta ishlashga va uni katta miqdori kerak bo'lmaydi.

Mass-spektrometrik tahlil usuli alohida ionlashtirilgan zarrachalarni aniqlashga asoslangan.

Tahlilning fizikaviy usullarini kimyoviy usullardan bir qancha afzalliklari mavjud. Bir qancha masalalarda kimyoviy kimyoviy usul bajara olmaydigan tahlillarni fizikaviy usul bilan tahlil qilish mumkin. Fizikaviy usuldan foydalanib, kimyoviy usulda ajratish qiyin bo'lgan elementlarni ajratish mumkin va ko'rsatkichlarni to'xtovsiz, avtomatik qayd qiladi.

Makro yarim mikro va mikro tahlil usullari

Mikrokimyoviy tahlil usuliga M.V.Lomonosov 1744 yilda tuzlarni sifat tahlil qilishda mikroskopni qo'llashi bilan asos solindi. Keyinchalik rus akademigi T.E.Lovich bu usulni takomillashtirdi. 1881 yil T.G. Berins sifat makrotahlilni asoslarini yaratdi.

Kimyo fani yaratilishini dastlabki davrlarda aniqlanayotgan moddani tahlil qilish uchun namunadan ko'p miqdorda olishga to'g'ri keladi. Oz miqdordagi namunalarni tahlil qilish bir qancha qiyinchiliklar tug'diradi.

Hozirgi kunda bu muammolarni yechish maqsadida makro, yarim mikro va mikro tahlil usullari yaratilgan.

Makro usulda 0,1 grammdan kam bo'lmagan moddani 1 ml eritma qo'shib tahlil qilish mumkin. Reaksiya probirkalarda bajariladi. Bundan ham kam miqdordagi namunalarni tahlil qilinganda mikro usullardan foydalaniladi.

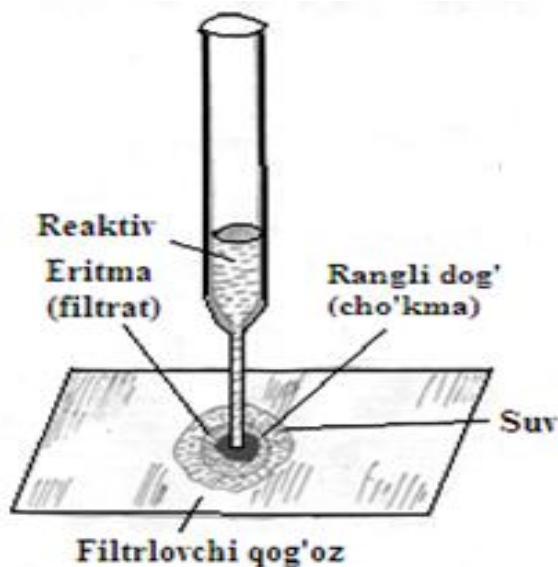
Bu usullar maxsus ish usullarini va maxsus moslamalarini qo'llashga asoslangan. Tahlilni bajarishga juda oz miqdordagi modda (10-10 gramm) va oz hajmdagi eritma (10-10 ml) sarflanadi.

Tomchi tahlil

Bu usul bilan tahlil qilinganda kapillyarlik (g'ovaklik) va yuzaga singish (yutilish) hodisalari muhim rol o'ynaydi, ya'ni bu hodisalar yordamida bir paytda ishtirok etadigan turli xil ionlarni aniqlash va ajratish mumkin. Tomchi tahlilda alohida reaksiyalar farfor, shisha plastinkalarda yoki filtr qog'ozda amalga oshiriladi. Plastinka yoki

qog'ozga tahlil qilinayotgan eritma va kerakli reaktiv tomchisi tushiriladi. Buning natijasida ranggi o'zgarishi yoki kristall hosil bo'ladi.

Filtr qog'ozda reaksiya bajarayotganda, qog'ozni kapillyar-adsorbsion xususiyatidan foydalaniladi. Suyuqlik qog'oz bilan suriladi (shimib olinadi), rangi o'zgargan birikma qog'ozni uncha katta bo'lmagan yuza qismiga singadi (6.1-rasm), buning natijasida reaksiya sezuvchanligi ortadi.



6.1-rasm. Suzish qog'ozida tomchili tahlilni bajarilishi.

Nazorat savollari

1. "Ho'l" va "quruq" tahlil usullari deb nimaga aytiladi?
2. Sifat tahlil nimalarni yechishni o'z ichiga oladi?
3. Tahlilning fizikaviy usullariga nimalar kiradi?
4. Tahlilning kimyoviy usullari deb nimaga aytiladi?
5. Makro va mikro nahlil usullarida namuna qancha miqdorda olinadi?

7 - MA'RUZA. KASRLI VA TARTIBLI TAHLIL. IONLARNI NIQOBLASH VA NIQOBSIZLANTIRISH

Reja: 1. Kasrli tahlil.

2. Har xil ionlarni aniqlash va ajratish.
3. Tartibli tahlil.
4. Ionlarni niqoblash va nikobsizlantirish.
5. Niqoblangan ionlarni niqobsizlantirish.

Kasrli tahlil

Yakka sonlarni aniqlash uchun aniqlanayotgan eritmadan alohida portsiyalar olinadi va aniqlanayotgan ion bilan sharoitlarda tasnifiy (spetsifik) ta'sirlashadigan reaktivlar qo'shiladi. Spetsifik reaksiyalar qullab va dastlabki eritmaning alohida portsiyalarni ishlatib, ionlarni cheklangan sonini aniqlash mumkin. Har doim ham alohida ionlarni aniqlash uchun xarakterli cho'kmalar yoki ranglar beradigan spetsifik reaktivlar topib bo'lmaydi. Reaksiya natijasida o'xshash maxsulotlar beradigan yoki tahlil jarayonida turli xil qiyinchiliklar tug'dirishga sabab bo'ladigan begona ionlar ishtirokida alohida ionlarni aniqlashda tahlil oldiga qiyin masala qo'yadi. Agar begona ionlarni konsentratsiyasi aniqlanishi kerak bo'lgan ionni konsentratsiyasini oshirib yuborsa, masala bundan ham qiyinlashadi. Shuning uchun murakkab aralashmalarni tahlil qilganda aniqlanayotgan eritmaning alohida portsiyalaridan aniqlanayotgan ion ajratib olinadi, so'ngra xususiyatli reaksiyalar yordamida ushbu ionni eritmadagi ishtiroki isbot qilinadi.

Xalaqit beradigan ionlarni ajratib olmasdan, har qanday ketma – ketlikda ham, boshlangich eritmani alohida portsiyalaridan aniqlanayotgan ionni aniqlaydigan reaksiyalarni qo'llashga asoslangan tahlil usuli, kasrli tahlil deyiladi. Kasrli tahlil usuli N.A.Tananaev tomonidan mukammal ishlab chiqilgan. Kasrli tahlil usuli aniqlanayotgan eritmaning ko'p bo'lmagan na'munasi aniqlanayotgan ionni aniqlashga halaqit beradigan har qanday ionlarni ta'sirini bartaraf etadigan reaktivlar (yoki bir qancha reaktivlarni aralashmalar) bilan ishlov berishga asoslangan. «Masalan, xalaqit beradigan ionlar kam eruvchan cho'kma holida cho'ktiriladi. Cho'kma filtrlanadi va filtratda aniqlanayotgan ion xususiyatli reaksiya yordamida topiladi. Bunda kation va anionlarni aniqlash tartibi unchalik ahamiyat kasb etmaydi. Kasrli tahlilda birinchi navbatda yuqori sezuvchan xususiyatli reaksiyalar qo'llaniladi. Bu reaksiyalar aniqlanayotgan ionni boshqa ionlar ishtirokida ham topishga imkon beradi. Bu usul ko'p vaqt talab qilmaydi va halaqit beradigan ionlarni ajratadigan uzoq operatsiyalarni o'rni almashtiradi. Kasrli tahlil usul tarkibi taxminan ma'lum bo'lgan aralashma tarkibidagi ionlarni miqdorini (birdan beshtagacha) juda tezda topish imkoniyatini beradi. Bunday sharoitda aniqlanayotgan namunani to'lik sifat tahlil qilish talab qilinmaydi, balki namunada

ma'lum komponentlarni bor yuqligi aniqlanadi.

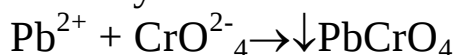
1-masala

Qo'rg'oshin (II) ionini Pb^{2+} berilgan namunada bor yo'qligini toping. Berilgan namuna tarkibida Ag^+ , $[Hg_2]^{2+}$, Hg^{2+} , Ba^{2+} , Cr^{2+} , Ca^{2+} ionlari mavjud.

Qo'rg'oshin ionini berilgan namunada ishtirokini bilishga bir qancha ionlar Ag^+ , $[Hg_2]^{2+}$, Ng^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} va xromatlarni kam eruvchan cho'kmalari halaqit beradi. Shuning uchun aniqlashga halaqit beradigan ionlardan qo'rg'oshin (II) ionini ajratish kerak. Bunga quyidagicha erishish mumkin:

Namunaga sulfat kislota ta'sir ettiriladi. Bunda Pb^{2+} ion bilan birga $[Hg_2]^{2+}$, Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} ionlarini sulfatlari ham cho'kmaga tushadi. Lekin ushbu elementlarni sulfatlari cho'kmaga atsetat ammoniy ta'sir ettirilganda erimaydi, ko'rg'oshin sulfat esa atsetat ammoniyda eriydi.

Erimaydigan sulfatlar filtrlash yo'li bilan ajratib olinadi. Olingan eritmaga xrom oksidi SrO^{2-}_4 ta'sir ettiriladi. Agarda eritmada qo'rg'oshin ionlari R^{2+} bo'lsa, $RbSrO_4$ shaklida cho'kmaga tushadi va sariq rangda namoyon bo'ladi:

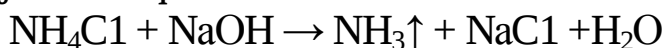


Ushbu sariq rangli eritmada Pb^{2+} ionlarini ishtirokini bildiradi

2-masala

NH_4^+ - ionini aniqlash va ajratish.

Buning uchun aniqlanayotgan aralashmadan besh tomchidan ikkita probirkaga solinadi. Birinchi probirkaga (birinchi namuna) 2 normalli K_2SO_3 yoki $NaOH$ eritmalaridan, ikkinchi probirkaga (ikkinchi namuna) normalli K_2SO_3 yoki KOH eritmalaridan besh tomchidan qo'shiladi. So'ngra ikkala probirka ham qaynaguncha past olovda qizdiriladi. Bu aniqlanayotgan aralashmada ammoniy tuzi bor bo'lsa, ikkala probirkadan ham NH_3 ajralib chiqadi:



yoki ion formada: $NH_4^+ + OH \rightarrow NH_3\uparrow + H_2O$

Ajralayotgan NH_3 ni quyidagilardan aniqlash mumkin.

1. Hididan.

2. Qizil lakmus qog'ozini distillirlangan suvda namlab, chiqayotgan bug'ga tekkizilganda, ko'k rangga o'tishidan yoki rangsiz fenolftalein qog'ozini qizil ranga o'tishidan. Bunda lakmus va fenolftalein qog'ozlari probirkaga tekkizmasdan ushlash kerak, lakmus va fenolftalein qog'ozlariga ishqor tekmasligi kerak.

3. Kotsentirlangan xlor vodorod kislotada ho'llangan shisha tayoqchani

probirka og'ziga yaqinlashtirganda, ammoniy xlorid "tutuni" hosil bo'lishidan.

4. Simob (I) nitrat eritmasida ho'llangan filtrlovchi qog'oz ni rangini qora rangga o'zgarishidan.

Tartibli tahlil. Aniqlanayotgan namunani to'liq tahlil qilishni, yakka ionlarni ma'lum tartibda aniqlashga rioya qilib bajarish mumkin, bunday usul tartibli tahlil deyiladi. Tartibli tahlilni bajarishda aniqlanayotgan aralashmalardan alohida ion guruhlari ajralib chiqadi. Shuning uchun tahlil uchun aniqlanayotgan eritmadan ko'proq olinadi.

Ionlarni guruhlarga ajratish ma'lum ketma-ketlikda olib boriladi. Buning uchun ionlarni o'xshash va turli xil xususiyatlarini reaktivlarga nisbatan ta'sirini nisbati qo'llaniladi. Ionlar guruhi gruppachalarga ajratiladi, so'ngra ushbu gruppachalar chegarasida yakka ionlarga ajratiladi va ular xususiyatli reaksiyalar yordamida aniqlanadi.

Ionlarni guruhlarga bo'lishda quyidagi usullar qo'llaniladi:

- 1) ionlarni kam eruvchan birikma holida cho'ktirish;
- 2) ionlarni normal oksidlovchi qaytaruvchi potentsiallariga muvofiqlikda metallar bilan tiklash;
- 3) ionlarni tanlab adsorbsiyalash.

Biror modda ustida tahlil ishlari bajarilayotganda qo'shimcha reaksiyalarga to'qnash kelinadi. Bu qo'shimcha reaksiyalar tahlilni borishini qiyinlashtiradi, ma'lum bir komponent bilan reaksiyaga kirishadigan reaktiv, aniqlanayotgan moddadagi boshqa ionlar bilan ta'sirlashib ketadi. Bu hodisalar bir qancha quyidagi ko'ngilsiz, keragi yo'q ko'rinishlarga olib keladi:

- reaksiya va reaktivlarni sezuvchanligini kamaytiradi;
- cho'kmaga tushishi kerak bo'lgan modda bilan boshqa moddalar cho'kadi;
- cho'kmaga tushgan moddani qisman yoki butunlay erishi;
- eritmani yoki cho'kmani rangini keragi yo'q, tomonga o'zgarishi.

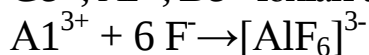
Begona ionlarni ta'siri kompleks hosil qiluvchi moddalar, oksidlovchilar, tiklovchilar qo'llash bilan yo'qotiladi. Bu usul xalaqit qiluvchi ionlarni niqoblash (maskirovka) deyiladi.

Niqoblovchi neorganik moddalar sifatida sianidlar, rodanidlar, ftoridlar, fosfatlar, ishqor metallarni tiosulfatlari ishlatiladi. Bundan tashqari niqoblovchi kompleks hosil qiluvchi moddalar deb nomlanadigan, organik modda guruhi ham ma'lum. Bularga askorbin, vino, limon, shavel, salitsil kislotalari va ularni tuzlari, hamda kompleksonlari, tiomochevina, etilendiamin, dietilenditio-karbamat, atsetilatseton, unitiol (natriy 2,3-

dimerkaptopropan- sulfonat) va boshqalar kiradi.

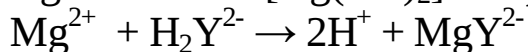
Quyida xalaqit qiluvchi ionlarni kompleks holiga o'tkazib niqoblaydigan reaksiyalar keltirilgan:

Ge^{IV} , Al^{3+} , Be^{2+} ionlari uchun:



Ag^+ , Ca^{2+} , Co^{3+} , Hg^{2+} ionlari uchun:

$\text{Ag}^+ + 2\text{CN}^- \rightarrow [\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ ishqoriy metallarini kationlari uchun:



Niqoblashni muvaffaqiyatli chiqishi ko'pgina omillarga bog'liq. Bu omillarni asosiysi eritma pH i hisoblanadi.

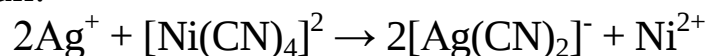
Niqoblangan ionlarni niqobsizlantirish

Ko'p hollarda, turli xil usullar qo'llanmay niqobsizlantirilgan ionlar eritmaga erkin holda o'tadi. Niqoblash jarayoniga teskari jarayon

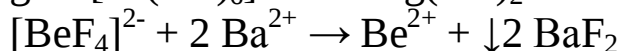
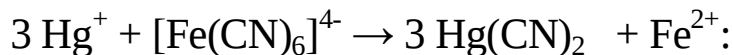
kompleks ionlarni kompleksga bog'lanmagan ionlar hosil qilish niqobsizlantirish deyiladi. Niqobsizlantirish ham niqoblash kabi sifat va miqdoriy tahlilda keng qo'llanadi.

Niqobsizlantirishga quyidagi reaksiyalar misol bo'la oladi:

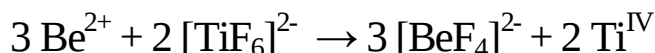
nikel ionlari uchun:



temir (III) ionlari uchun:



titan ionlari uchun:



Nazorat savollari

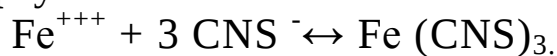
1. Kasrli tahlil deganda nimani tushunasiz?
2. Ionlarni aniqlashda nimani hisobga olish kerak?
3. Ionlarni guruhlariga ajratish ketma-ketligini ayting.
4. Ionlarni niqoblash deb nimaga aytiladi?

8-MA'RUZA. ASOSIY KOMPONENTLARNING SIFAT ANALITIK REAKSIYALARI

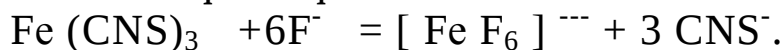
- Reja:**
1. Metall ionlarining reaksiyalari.
 2. Molebdatni xususiyatlari.
 3. Tiklash reaksiyasi.

Fe kationlari reaksiyasi

a) Fe^{+++} . Temir (III) tuzini kuchsiz nordon eritmasiga radionid ammoniy qo'shilganda qonga o'xshash qizil rangli kam dissosialangan radionid kompleksi paydo bo'ladi:

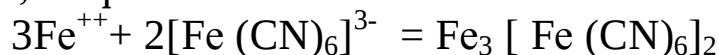


Tahlilga F^- ionlari to'sqinlik qiladi:



Bunda eritma rangi yo'qoladi.

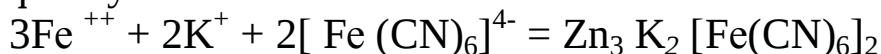
b) Fe^{++} . Temir (II) to'zini kuchsiz nordon eritmasiga qizil qon tuzi, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ qo'shilsa, to'q ko'k turnbullin tuzi cho'kmasini hosil qiladi.



Reaksiyaga Fe^{+++} ishtiroki halaqit bermaydi.

Rux ionlarining reaksiyasi

Rux tuzini kuchsiz nordon eritmasiga ferrosianid $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ qo'shilganda oq kaliy va rux ferrosianidlari cho'kmasi hosil bo'ladi:

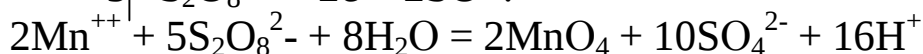
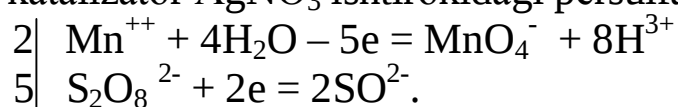


Reaksiyaga Fe^{+++} , Fe^{++} va Al va Cr tashqari 3 gruppaga kationlari xalaqit beradi.

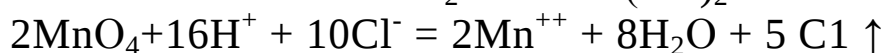
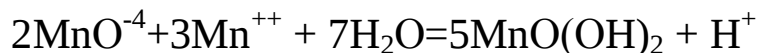
Marganes reaksiyasi

Marganesning nordon eritmasiga kuchli oksidlovchilar qo'shilganda, binafsha rang yoki pushti rangga o'tkazadigan MnO_4^- ionlari hosil bo'ladi.

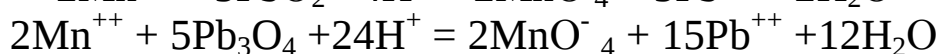
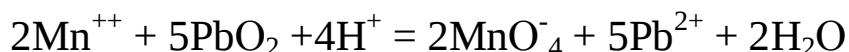
Oksidlovchi katalizator AgNO_3 ishtirokidagi persulfat $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ dir.



Ag^{++} ni ishtirok etmasligi reaksiyada $\text{MnO}(\text{OH})_2$ cho'kmaga tushishiga olib keladi:



RbO_2 yoki surik Rb_3O_4 azotli nordon eritmada Mn^{++} quyidagicha tasir etadi:



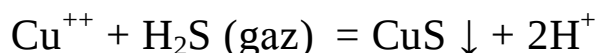
Oksidlovchilarni qolganlari Mn ni Mn (10) gacha tiklaydi:



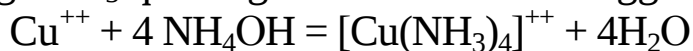
bunda marganes kislota hosil bo'ladi.

Mis reaksiyasi

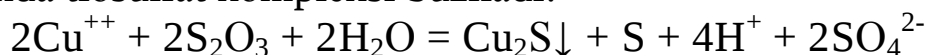
H₂S (gaz) Cu⁺⁺ ning kuchsiz nordon eritmalarida CuS qora cho'kmasini ajraladi :



Cu tuzi eritmasiga NH₃ qo'shilganda eritma ko'k rangga bo'yaladi.

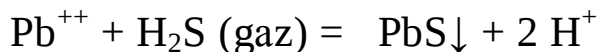


Rangsiz sianid komplekslarini hosil qilishga olib keluvchi Cu (II) tiklovchilari reaksiya borishiga xalaqit beradi. Misni nordon eritmasiga tiosulfat qo'shilganda rangsiz tiosulfat kompleksi hosil qiladi va qaynatilganda tiosulfat kompleksi buziladi:

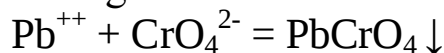


Qo'rg'oshin reaksiyasi

Kuchsiz nordon eritmalaridan oltingugurt vodorod (H₂S) qo'rg'oshin ionlarini qora PbS cho'kmasini cho'ktiradi:



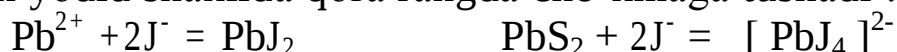
Uksus kislotali eritmaga kaliy xromat tasir ettiril-ganda, sariq rangli qo'rg'oshin xromati cho'kmaga tushadi:



Reaksiyalarga qiyin eriydigan xromatlar hosil kiluvchi Ba, Hg, Bi va boshqa metallar xalaqit qiladi.

Ushbu reaksiyalar bixromat ishtirokida qo'rg'oshinni aniqlash usullarida qo'llaniladi .

Uksus kislotali eritmaga kaliy yodid qo'shilsa, qo'rg'oshin tuzlari qo'rg'oshin yodid shaklida qora rangda cho'kmaga tushadi :



Eritma muhiti pH =7 ga teng bo'lganda SO₄²⁻ ni ortiqcha qismi PbSO₄ shaklida oq rangda cho'kmaga tushadi.

Kumush ionlarini aniqlash

Kaliy xromat bilan reaksiya. Bir nechta tomchi kumush tuzi eritmasiga K₂CrO₄ eritmasidan bir necha tomchi qo'shiladi. Cho'kmaga qizil modda tushadi:



Reaksiya olib borish sharoitlari:

1. Ushbu reaksiyani neytral muhitda (pH=7) olib borish kerak. Ishqoriy muhitda kumush oksidi cho'kadi. Ammiakli muhitda cho'kma hosil bo'lmaydi. Uksus kislotali muhitda kumush dixromat cho'kmasi cho'kadi. Kuchli kislotali muhitda cho'kma hosil

bo'lmaydi.

2. Cr_4^{2-} bilan cho'kma hosil qiluvchi Pb^{2+} , Ba^{2+} , Hg^{2+} , $[\text{Hg}]^{2+}$, Bi^{3+} va boshqa ionlar, oldindan ajratib olinadi.

3. Qaytaruvchilar reaksiya borishiga halaqit beradi.

MoO₄ ionlarini aniqlash

Molibdatlarni xususiyatlari. Kaliy va natriy molibdatlarni suvli eritmaları rangsiz bo'ladi va ishqor reaksiyalariga ega. Faqat ishqor metallarini, ammoniy va magniy molibdatlari eruvchan, qolgan tuzlari suvda erimaydi, RbMoO_4 esa suyultirilgan sirka kislotada erimaydi.

Molibdatlarni suyultirilgan mineral kislotalar tasirida o'z tuzlarini konsentirlangan eritmalarida cho'ktirilgan, molibden kislotali H_2MoO_4 hosil qiluvchi. Molibden kislotasi H_2MoO_4 amfoter birikma hisoblanadi. U ishqorlarda, noorganik va organik kislotalarda eriydi:



Nordon muhitda tiklanuvchilar (Zn , Sn^{2+} , Fe^{2+} va boshqalar) tasirida Mo^{IV} turli xil rangda, past oksidlanish darajali birikmalarigacha tiklanadi:

MoO_4^{2-} - rangsiz;

$\text{MoO}_3 \cdot \text{Mo}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ - molibdenli sin;

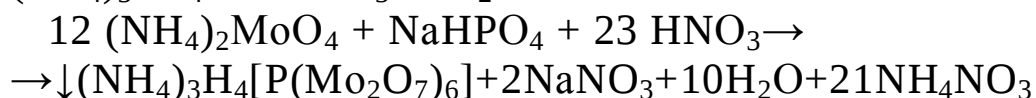
Mo^{IV} - to'q ko'k binafsha rang;

Mo^{III} va Mo^{II} - qo'ngir qora.

Fosforitlar bilan reaksiyasi

MoO_4^{2-} azotli nordon muhitda PO_4^{3-} ishtirokida sariq kristallik fosforno molibden kislotasi $\text{H}_7[\text{P}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6]$ to'zi ammoniy fosfonomolibdat

$(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ cho'kmasini hosil qiladi:



Fosfonomolibden kislotasi molibden kislotaga taqqoslaganda yuqori oksidlovchi xususiyatga ega. Masalan, fosfonomolibden kislotasi Cu^{2+} ni, mis (I) ni juda mustahkam $[\text{Cu}(\text{CN})_4]^{3-}$ kompleksida oksidlaydi.

Boshqa anionlar bilan reaksiyasi

Nordon muhitda MoO_4^{2-} silikat eritmaları bilan kremnomolibden kislotasi, AsO_4^{3-} bilan esa arsenomolibdatlar hosil qiladi.

Hg^{2+} - ionlarini aniqlash. Kaliy yodid bilan reaksiya

Probirkaga besh tomchi simob nitrat eritmasi solinadi, so'ngra 1-2 tomchi kaliy yodid eritmasi kushiladi. Bunda kizil HgJ_2 cho'kmasi hosil bo'ladi va bu cho'kma ortib qolgan reaktivda eriydi.

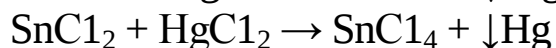
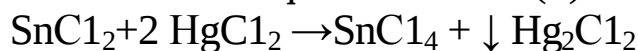
Reaksiyani o'tkazish shart-sharoitlari.

1. Reaksiyani $\text{pH} < 7$ da o'tkazish talab qilinadi.
2. Reaktiv eritmasi yaxshilab aralashtirilishi va tomchilab qo'shish kerak. Chunki ortib qolgan reaktiv bilan kompleks birikmalar hosil bo'ladi va dastlab hosil bo'lgan cho'kma eriydi.
3. Cu^{2+} , Bi^{3+} , Ag^+ va boshqalar avvaldan, oldinroq ajratilish kerak.
4. Oksidlovchilar (masalan, MnO_4^- , CrO_4^{2-} , Fe^{3+}), oksidlanuvchilar (masalan, J) ishtirok etmasligi kerak.

Qalay (II) xlorid bilan tiklash reaksiyasi

Probirkaga 1-2 tomchi simob (II) xlorid HgCl_2 eritmasi va shuncha miqdorda yangi tayyorlangan qalay (II) xlorid SnCl_2 solinadi.

Hg^+ ishtirokida simob (I) xloridni oq rangli cho'kmasi NgCl_2 (a) yoki metallik simobni qora cho'masi (b) hosil bo'ladi.



Reaksiyani o'tkazish shart-sharoitlari.

1. Reaksiyani $\text{pH} < 7$ da o'tkazish talab qilinadi. Ishqoriy muhitda qalay gidrooksid va simob gidrooksidlarining ammiakli muhitda merkurammoniy va kalay gidrooksidlarining cho'kmalari ajraladi. Neytral muhitda esa qalay xlorid gidrolizi yuz beradi. Bu eritmani loyqalanib, asosiy $\text{Sn}(\text{OH})\text{Cl}$ tuzini hosil bo'lishiga olib keladi.

2. Kuchli oksidlovchilar, oksidlanuvchilar (Sn^{2+} dan Sn^{IV} gacha) ishtirok etmasligi kerak.

3. Xloridlar bilan kam eruvchi cho'kmalar hosil qiluvchi Ag^+ , $[\text{Hg}_2]^{2+}$, Pb^{2+} kationlari avvaldan oldinroq ajratilish kerak.

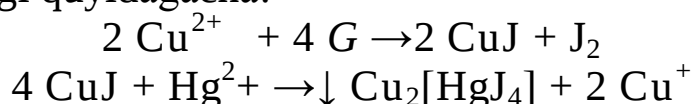
4. Reaksiyani yangi tayyorlangan SnCl_2 eritmasi bilan olib borish kerak.

Mis (I) yodid bilan reaksiyasi

Filtlovchi qog'oz varag'iga yoki farfor plastinkaga tarkibi 1ml da; 0,05 gramm KJ va 0,2 gramm $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ bo'lgan eritmadan bir tomchi va tarkibi 1 ml da 0,05 gramm $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ bo'lgan mis sulfati xlorvodorod eritmasidan ham bir tomchi solinadi. So'ngra kapilyar bilan bir tomchi tekshirilayotgan eritma solinadi. Agar tekshirilayotgan eritmada Ng^{2+} ionlari mavjud bo'lsa, qizil yoki sarg'ish

rang cho'kma hosil bo'ladi.

Reaksiya tengligi quyidagicha:



Reaksiyani o'tkazish shart-sharoitlari.

1. Muhit 1 normal HCl eritmasiga (pH=0) to'g'ri kelishi kerak.
2. Faqat Pd^{2+} analogik reaksiya beradi. Shuning uchun Rd^{2+} avvaldan, oldinroq ajratish kerak.
3. Ag^+ , Au^{3+} , PtCl_6^{2-} erkin metallarni qora cho'kmalarini hosil qiladi. Shuning uchun bular ham avvaldan, oldinroq ajratilishi kerak.
4. Molibdatlar va volframatlar CuJ bilan molibdenli va volframli sini hosil qilish bilan tasirlashadi.
5. CuJ ni oksidlaydigan Fe^{3+} , Hb^{IV} , Ce^{IV} larni fosfor kislota yoki ftorid qo'shib niqoblanadi.

Nazorat savollari

1. Temir tuzini nordon eritmasiga qaysi tuz qo'shilsa turnbulin tuzi cho'kmasi hosil bo'ladi?
2. Marganesning nordon eritmasiga kuchli oksidlovchilar qo'shilganda qaysi ion hosil bo'ladi?
3. Ionlarni aniqlash reaksiyalarni o'tkazish shart-sharoitlari nimadan iborat?

9- MA'RUZA. MIQDORIY TAHLIL. MIQDORIY TAHLIL USULLARI VA KLASSIFIKATSIYASI

Reja: 1. Miqdoriy tahlilni qo'llnilishi.

2. Analitik signal jadalligi .

3. Miqdoriy tahlil klassifikatsiyasi.

Miqdoriy tahlil birikma yoki modda aralashmalarining tarkibiy qismlarini (element, aralashma va hokazo) miqdoriy nisbatini aniqlash imkoniyatlarini beradi.

Miqdoriy tahlil sifat tahlilga nisbatan aniqlanayotgan mahsulotdagi moddaning umumiy miqdorini yoki aniqlanayotgan mahsulotdagi alohida komponentlarni miqdorini aniqlash imkoniyatlarini beradi.

Miqdoriy tahlil kimyo sanoatidan tashqari, ruda, mineral, metall va uni qotishmalarini kimyoviy tarkibini, tarkibiy qismlarni miqdorini aniqlashda qo'llaniladi.

Bu tahlil umumiy kimyo, kimyoviy texnologiya, foydali qazilmalarni tekshirish, metallurgiya, biokimyo, o'g'itshunoslik va bir qator boshqa fanlar bilan chambarchas bog'langan.

Miqdoriy tahlilni ilmiy asosi kimyoviy reaksiyalarda modda massasini saqlanish qonuni kashf qilingandan so'ng yaraldi.

Ko'p vaqtlar davomida bu tahlil turi moddalar texnologiyasini bir bo'limi deb qarab kelindi. Qimmatbaho metallarni, ularni qotishmalaridan aniqlash usuli, minerallarni tekshirish usuli miqdoriy tahlilni rivojlanishiga turtki bo'ldi.

Komponentlarni tarkibini miqdoriy aniqlashda komponent qo'zg'atadigan analitik signallarning jadalligi o'lchanadi.

Analitik signal jadalligi, analitik signalni paydo bo'lish L qo'zg'otadigan modda miqdori (konsentratsiyasi) ga proportsional.

Analitik signalning jadalligini o'lchash kerakli o'lchash asboblari orqali o'tqaziladi. Masalan, gravimetrik tahlildagi analitik signal og'irlik analitik tarozilarda, titrometrik tahlildagi analitik signal eritmalarini hajmi byuretkalar yordamida, spektrofotometriyadagi analitik signal yorug'likning yutilishi spektrofotometr bilan, spektrografiya yordamida, polyarografiya yordamida analitik signal tok yacheykasi orqali o'tayotgan kuch polyarograf bilan o'lchanadi.

Signal jadalligi va komponentning konsentratsiyasining miqdori o'zaro bir qiymatli funksional bog'lanish hosil qiladi va matematik funksiya $y = Sx$ ko'rinishida bo'ladi (9.1-rasm).

$y = Sx$ funksiya teng darajali funksiya.

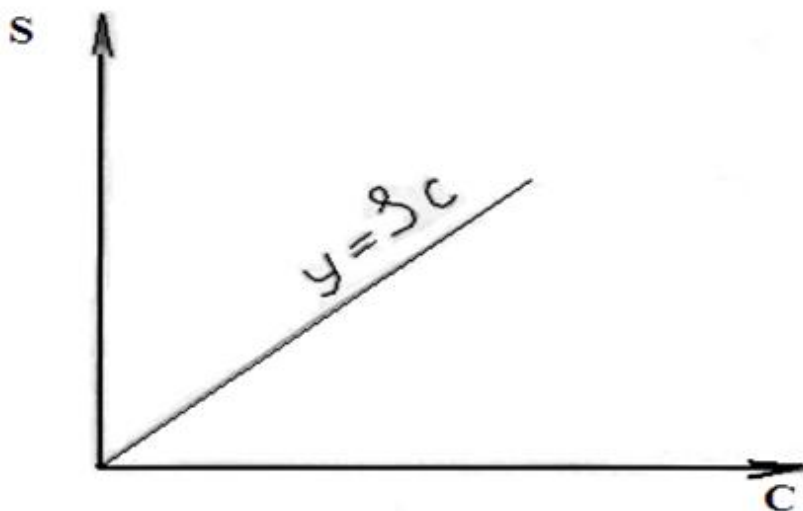
Bunda: S -sezgirlik koeffitsiyenti; x - signal jadalligi.

Agar $S = \text{sonst}$ bo'lsa, S ning burchagi tik nishablikda bo'ladi. Agar S kattalik o'zgaruvchan bo'lsa, sezgirlik koeffitsiyenti birinchi bosqichli teng darajali nuqtaga teng bo'ladi. Bu analitik maqsadlar uchun unchalik to'g'ri kelmaydi.

Teng darajali funktsiyani topish uchun sezgirlik koeffitsiyenti S ning qiymatini topish kerak. Buning uchun tekshirilayotgan moddadan olingan namunani tahlil qilish kerak. Agar namunani miqdoriy tahlil qilinayotganda, kimyoviy toza modda qo'llangan bo'lsa bular standart moddalar deyiladi. Buning uchun kimyoviy toza

moddalarda aralashmalarning aralashmalarni miqdori 0,05% dan ko'p bo'lmasligi kerak. Miqdorni o'lchash uch xil yo'l bilan olib boriladi:

- teng darajali funksiya usuli;
- standartlar usuli;
- standart qo'shimchalar usuli.



9.1-rasm. $Y = S c$ funksiya grafigi

Teng darajali funksiya usulida turli xil, lekin namunani aniq tarkibini bilgan holda tahlil o'tkaziladi. Olingan ma'lumotlar asosida sezgirlik koeffitsiyenti (S) hisoblanadi yoki teng darajali funksiya grafigi chiziladi. Tarkibi noaniq namuna tekshirilayotganda signalning jadalligi (s) aniqlanadi, namunaning tarkibi formula orqali yoki grafikdan topiladi.

To'g'ri chiziqli bog'lanishlar uchun standartlar usuli qo'llaniladi. Dastavval u standartlar ko'rinishida aniqlanadi:

$$Y_{st} = S c_{st} \quad (a)$$

So'ngra aniqlanayotgan namunaning miqdori quyidagicha topiladi:

- elementar tahlil masalan organik birikmalarni elementar (a) ning (b) ga nisbati quyidagiga teng bo'ladi:

$$U_{st} / U_{aniq} = S_{st} / S_{aniq},$$

(b)

bunda, $s_{aniq} = S_{st} (U_{aniq} / S_{st})$

Standart qo'shimchalar usuli ham to'g'ri chiziqli bog'lanishlar uchun qo'llaniladi.

Analitik signallarini qiymati aniqlanayotgan modda konsentratsiyasini yoki miqdorini aniqlaydi. Aniqlashlarni bir qancha usullari mavjud:

- yakka aniqlash;
- paralell aniqlash;
- dinamik tahlil;
- ekspress aniqlash;
- **selektiv aniqlash** (aniqlanayotgan namunadagi bir qancha elementlar yoki birikmalar ichidan faqat bir element yoki birikmani aniqlash);
- elementar tahlil** (organik birikmalarni, ko‘proq uglerod, vodorod, azot, kis-lorod miqdori aniqlanadi).
- ko‘p elementli tahlil** (tarkibi murakkab bo‘lgan materiallarni tekshirish);
- funksional tahlil** (organik birikmadagi funksional gruppalarni miqdoriy aniqlash usuli);
- **molekulyar tahlil** (Birikma aralashmalaridan ajratib olinadi va birikmani konstantasi o‘lchanadi (erish harorati, yorug‘likni sinish ko‘rsatgichi va bosh-qalar);
- **komponent tahlil** (namunani sifat va miqdoriy tarkibini aniqlash);
- **moddiy (haqiqiy) tahlil**;
- subyektiv usullar** (aniqlanayotgan namunani xarakterini, jadalligini ko‘z bilan ko‘rib baholashga asoslangan);
- obyektiv usullar** (kerakli asboblar yordamida analitik signallarni yuqori va past aniqlikda o‘lchashga asoslangan);
- instrumental usullar** (maxsus priborlar, asboblar yordamida aniqlanayotgan ob’ektni tarkibiy qismlaridan birini konsentratsiyasini bir qancha fizik xususiyatlarini o‘lchashga asoslangan.
- qo‘shimchalar usulida** aniqlanayotgan eritmani bir yoki undan ko‘p namunalarga ko‘p miqdorda bo‘lmagan aniqlanayotgan moddani standart eritmasi qo‘shiladi.
- makro aniqlash, mikro kimyoviy aniqlash, detsi-grammli usulni** nisbatan katta miqdorini (0,1 gramm va ko‘p) va eritmani ko‘p hajmini (10 ml va ko‘p) analitik tahlil qiladi .
- mikro aniqlash, mikro tahlil, milligrammli usulda** kam namunalar (10^{-3} 10^{-2} gramm) va aniqlanayotgan eritmani kam hajmi (1 ml atrofida) ustida analitik operatsiyalar bajariladi.
- **Arbitraj (nizoli) tahlil** - bu materiallarni Davlat standarti talablariga javob berishi bermasligini aniqlaydigan kontrol tahlildir.

Miqdoriy tahlilni klassifikatsiyalanishi

Miqdoriy tahlil quyidagicha klassifikatsiyalanadi:

I. Fizikaviy tahlil usullari

1. Spektral usullar.
2. Elektrokimyoviy usullar.
3. Termik usullar.
4. Depsimetrik usullar.
5. Radiometrik usullar.

II. Kimyoviy tahlil usullari

1. Gravimetrik usullar.
2. Titrometrik usullar (stexiometriklik nuqtasini vizual indikatsiyalanishi bilan).

III. Fizika - kimyoviy tahlil usullari

1. Polyarografik usullar.
2. Titrometrik usullar (stexiometriklik nuqtasini fizika-kimyoviy indikatsiya-lanishi bilan).
3. Optik usullar (molekulyar spektroskopiya).
4. Xronometrik usullar.
5. Nishonlangan atomlar usuli.

IV. Duragay usullar

1. Ekstraksion usullar.
2. Xromotografik usullar.

V. Biologik usullar

Miqdoriy tahlildagi xatolar

Miqdoriy tahlildagi xatolar o'z harakteriga ko'ra:

- 1) sistematik xatolar
- 2) tasodifiy xatolar
- 3) qo'pol xatolarga bo'linadi

Nazorat savollari

1. Miqdoriy tahlil usuli nimani miqdorini aniqlashga asoslangan?
2. Miqdorni o'lchash necha xil o'l bilan olib boriladi?
3. Standart moddalar deb nimaga aytiladi?
4. Miqdoriy tahlilni klassifikatsiyalarini nimalardan iborat?

10 - MARUZA. TAHLILGA YO'L QO'YILADIGAN XATOLIKLAR SISTEMATIK VA TASODIFIY XATOLIKLAR

Reja: 1. Sistematik xatolar
2. Tasodifiy xatoliklar

3. Qo‘pol xatolar

4. Absolyut xato

Hamma tahlil turlarida ba’zi bir noaniqliklar uchrashi mumkin. Bu noaniqliklar o‘lchashdagi xatoliklar natijasida yuz beradi .

Yaqin vaqtlargacha "o‘lchamdagi xatolik" termini keng tarqalgan edi. Davlat standarti bo‘yicha bu termin tavsiya etilmaydigan toifaga kiritiladi.

O‘lchamdagi natijani haqiqiy qiymatdan chetlanishiga aniqlash xatoligi deyiladi.

Tahlil xatoning tengligi quyidagicha :

$$\Delta x_i = x_i - \mu$$

unda : Δx_i - o‘lchashdagi mutloq xato;

x_i - tahlil natijasi;

μ - tahlillanuvchi namunadagi komponentni haqiqiy miqdori.

Ulchashdagi mutloq xatolikni haqiqiy kattalikka nisbatiga nisbiy xatolik deyiladi.

Odatda nisbiy xatolik prosentda ifodalanadi, garchi u birlik ulushida hisob-lanish mumkin :

$$(\Delta x_i / \mu) 100 \% = [(x_i - \mu) / - \mu] 100 \%$$

O‘lchash xatoligi turli faktorlarga jumladan, ishlatiladigan uskuna aniqligiga, o‘lchash usuli, kuzatuvchining shaxsiy holati va hokazolarga bog‘liq.

O‘lchamdagi xatolik tahlil takroran bajarilganda o‘zgarmay qolsa yoki ma’lum qonuniyat bo‘yicha o‘zgarsa, unga sistematik xatolik deyiladi.

Ayni sistematik xatolik belgisi tajribadan tajribaga o‘tish bilan o‘zgarmaydi. Sistematik xatolik yo natijani kamaytiradi yoki ko‘paytiradi.

Takroriy o‘lchamlar vaqtida o‘zgarsa, unga tasodifiy xatolik deyiladi.

Bir qator o‘lchamlar vaqtida tasodifiy xatolik belgisi doimiy bo‘lib qolmay, tajri-badan tajribaga o‘tishda o‘zgarib turadi.

Ayni sharoitda kutilgan natijaga nisbatan yo‘l qo‘yilgan xatolik ancha katta bo‘lsa, u holda u chalkashlik deyiladi.

Ular odatda ish bajaruvchi analitik (eritmani filtrlashda, cho‘kma bilan uni yo‘qotish cho‘kmani yuqori haroratda qizdirilganda yoki tortish davridagi sodir bo‘ladigan xatoliklar va hokazo) ni yo‘l qo‘yilgan qo‘pol operativ xatoligidan sodir bo‘ladi.

Sistematik xatolar deb, kattaligi doimiy bo‘lgan yoki ma’lum qonun bo‘yicha o‘zgaradigan xatolarga aytiladi. Sistematik xatolarni oldindan nazarda tutish va ularni yo‘qotish, yoki tegishli tuzatishlar kiritish mumkin. Sistematik xatolarni quyidagi turlari mavjud.

a) uslubiy xatolar. Bu xatolar qo'llanilayotgan tahlil usuli xususiyatlariga bog'liq. Masalan: reaksiyani miqdoriy jihatdan to'la bormasligi, cho'kmani qisman eruvchanligi, cho'kma bilan birga qo'shimcha begona ionlarning cho'kishi, cho'kmani parchalanishi, moddaning gigroskopik ekanligi va hokazo.

b) ishlatilayotgan asbob va reaktivlarga bog'liq bo'lgan xatolar. Tarozi elkalarini teng emasligi, hajmi aniq o'lchovli idishlarning tekshirilmaganligi, tekshirilayotgan eritmaga begona qo'shimchalarning tushib qolishi va boshqalar.

v) individual xatolar. Bu xatolar analitikning shaxsiy xususiyatlariga bog'liq bo'lgan xatolar. Masalan: eritma rangining o'zgarish paytini aniq seza bilmasligi, tarozi yoki byuretkka shkalasidan to'g'ri raqamni bilib olmasligi va hokazo.

Sistematik xatoliklarning vujudga kelish hollari ko'p qirralidir. Ular orasida asbob va reaktorlarni qo'llab, usulni o'zi va analitikni shaxsiy holati natijasida sodir bo'ladigan xatoliklar juda ham ahamiyatli hisoblanadi.

Analitik amaliy mashg'ulotlarda ishlatiladigan asboblarda ma'lum aniqlikka ega bo'lishi bilan harakterlanib, ko'pincha juda ham yuqori aniqlikni ko'rsatuvchi asboblarda bilan ishlash xatoliklarni ancha kamaytiradi. Sistematik xatoliklar manbai ko'pincha tekshirilmagan tarozi toshi, hajmi aniqlanmagan o'lchov asboblari, spektrofotometriyada ishlatiladigan prizmani surilishi, fotoelementdagi tok va hokazolarni qo'llash bilan sodir bo'lishi mumkin. Sistematik xatolikni o'lchash va hisobga olish mumkin. Ko'pincha sistematik xatolikni sezilarli miqyosda kamaytirish mumkin. Uning uchun o'zgartirish kiritib uni farqi yoki olingan natijani boshqa yuqori aniqlikdagi asbob bilan o'lchashdan oldin natija bilan taqqoslash kerak. Ishlatiladigan reaktivda aniqlanuvchi komponent yoki xalaqit beruvchi qoldiqni bo'lishi ham sistematik xatolikni keltirib chiqaradi. Reaktivni oldindan sinchiklab tozalash xatolikni kamaytiradi va uni amalda "nol"ga olib keladi.

Metodni xatosi tahlil qilinuvchi sistemani xossasiga bog'liqdir, shuningdek, eruvchanlik kabi cho'kish vaqtida cho'kmada yoki yuvishda, reaksiyani to'liq yo'nalmasligi fotometrik eritmalarini o'tishi vaqtiga qarab o'zgarish beqarorligi va hokozolarga bog'liq bo'ladi. Uslubni xatolari ko'pincha aniqlanmay qoladi. Shuningdek, operativ va shaxsiy xatolik ham sezilarli ahamiyatiga ega bo'ladi, ya'ni tahlil davrida operatsiya bajarilishining eng muxim analitik saviyasi uning mahoratiga va vaqtida rangli indikator bo'yog'ining o'zgarishini aniq farqiga borilmasa,

u har doim eritma titrlashni o'tkazib yuboradi. Sistematik xatolikni aniqlay bilish va uni yo'qotish davrida imkoniyati boricha yuzaga keladigan barcha nuqsonlarni oldini olishga asoslangan bo'ladi.

Xatolikning oldini olishning ham ahamiyatli ekanini ko'rib o'tish kerak. Ular masalan, takroriy aniqlash vaqtida analitik asbobda olingan teng natijani ko'z bilan chamalab yozganda oldingi natijaga yaqinrog'ini olish davrida vujudga keladi. Qonun bo'yicha, sistematik xatolik birinchi navbatda aniqlanishi va hisobga olinishi kerak, chunki sistematik xatolik bo'lmagan taqdirda ham tasodifiy xatolikni baholash o'rinli hisoblanadi. Amalda sistematik xatolikni aniqlashni keng qo'llanilgan usullaridan biri tahlilni ikkita bir-biriga bog'liq bo'lmagan usuldan bajarishdir. Ya'ni yakka tajriba va standart namunaning tahlilidir.

Tarkibida yuqori darajadagi aniqlikka ega bo'lgan element bor turli komponentlardan iborat bo'lgan material standart namuna deyiladi. Ularni turli analitik usullarda gradurlangan grafik tuzish va shu bilan birga modda tarkibini topish hamda tahlil natijasini to'g'riligini tekshirish va turli uslublarini obyektiv metrologik harakterlash va hokazolar uchun qulaydir.

Standart namunaga ham bir qator talablar qo'yiladi. Ular uchun eng ahamiyatlisi quyida keltirilgan. Etalon elementlarda etalonda belgilangan va ko'rsatilgan xato-lik miqdorlari haqiqiy xatolik kattalikdan farq qilmasligi kerak. Standart namuna tajribadagi ba'zi bir komponentlar rasmiy guvoxnoma bilan tasdiqlangan bo'lishi kerak. Standart namuna uzoq vaqt saqlanganda ham uni tarkibi o'zgarmasligi kerak. Uning massasini barcha joyi tahlil uchun namuna olishni tamin etuvchi bir jinsli kimyoviy tarkibga ega bo'lishi kerak. Shu sababli odatda mayda bir jinsli metall holdagi qirindi, kukun va hokazo ko'rinishda tayyorlanadi. Standart nusxalar tarkibidagi etalon elementlar miqdori aniq ishlab chiqarish korxonalaridagi elementga nisbatan yuqori darajali aniqlikda bo'ladi. Ideal etalonlar namunadan aniqlanayotgan komponent miqdoridan farqlanishi kerak. Bu amalda bajarib bo'lmaydigan talabdir, shuning uchun namuna va etalon tarkibidagi komponent og'irligidan sistematik xatolik tasodifiy xatolikdan ortmasligi kerak deb chegaralanadi.

Standart namuna tahlili odatda yuqori malakali analitik olimlar tomonidan bir qator maqtovg'a sazovor bo'lgan ko'rgazmaga ega bo'lgan laboratoriyalarda har xil usullarni qo'llash bilan olib boriladi.

Turli qora va rangli metall qotishma turlari uchun ishonchli etalonlar bor. Ma'dan, mineral, tog' jinslari va hokozolar uchun standart etalon tarkibi bu materiallarning har xil bo'lishi bilan bog'likdir.

Tasodifiy xatoliklar deb, kelib chiqishi ma'lum bir qonuniyatga asoslanmay, kattaligi va ishorasi noma'lum bo'lgan xatolar tasodifiy xatolar deb aytiladi.

Tasodifiy xatolar ma'lum bir belgiga va uning "tasodifiy" deb atalishi ham, uning kelib chiqishi ham, biror bir qonuniyatga ega emas. Tasodifiy xatolar analitikning o'ziga bog'liq bo'lmagan tashqi omillar ta'sirida (haroratning o'zgarishi, havo namligini o'zgarishi, havoning iflosligi, honaning yetarli darajada yoritilmaganligi, binoning tebranishi va hokazolar) sodir bo'ladi.

Sistematik hotolardan farqli ravishda tasodifiy xatolarni biror tuzatma kiritish yo'li bilan yo'qotib bo'lmaydi. Faqat parallel aniqlashlar olib borish bilan tasodifiy xatoni kamaytirish mumkin.

Qo'pol xatolar. Bunday xatolar jumlasiga torozida noto'g'ri tortish, byuretk shkalasi bo'yicha noto'g'ri hisoblash.

Miqdoriy aniqlashlarda yo'l qo'yilgan xatolarni quyidagicha ifodalash mumkin.

Tasodifiy xatolikni bo'lishi, masalan, parallel tahlil natijalari xattoki birdan - biri umuman farq qiladigan xatoliklarni uzluksiz hisobga olish ham, tegishli tuzatishlar ham, deyarli har doim xatolik yordamida hisobga olinadi. Tasodifiy xatolikni sodir bo'lishini odatda to'satdan vujudga keluvchi hodisa deb qaraladi va u xatoliklar ehtimollik nazariya va matematik statistika bo'yicha qayta ishlanadi.

Absolyut xato. Aniqlanayotgan kattalikning haqiqiy miqdori bilan olingan natija o'rtasidagi farqning absolyut birliklarda ifodalangan qiymati absolyut xato deyiladi. Masalan: $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ tarkibida 14,75% kristallizatsiya suvi borligi aniqlangan, haqiqatda $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ tarkibida 14,70% kristallangan suvi bor. Demak, aniqlashning absolyut xatosi (D)

$$D = 14,70 - 14,75 = - 0,05\%$$

Nisbiy xato. Absolyut xatoning aniqlanayotgan kattalikka nisbati, nisbiy xato deyiladi va % da ifodalanadi.

$$D_o = \frac{0,05}{14,75} \cdot 100 = 0,34\% \text{ ga teng.}$$

Nazorat savollari

1. Aniqlash xatoligi deb nimaga aytiladi?
2. Tahlil xatoning tengligi nimaga teng?
3. Sistematik xatolik deb nimaga aytiladi?
4. Tasodifiy xatolik qanaqa xodisa deb qaraladi?
5. To'g'ri o'lchash deb nimaga aytiladi?

11 - MA'RUZA. ASOSIY FIZIKA - KIMYOVIY TAHLIL USULLARI KLASSIFIKASIYASI. EKVIVALENTLAR QONUNI.

Reja: 1. Spekttral yoki optik usullar.

2. Elektrokimyoviy usullar. Xromatografik usullar.

3. Radiometrik usullar. Mass-spektrometrik usullar.

4. Ekvivalentlar qonuni. Ekvivalentlik faktori.

5. Ekvivalentning molyar og'irligi. Ekvivalentning mo-lyar konsentratsiyasi.

Hozirgi zamon fan va texnikasining jadal rivojlanishi tahlilning fizika - kimyoviy usullariga yangi talablar qo'yimoqda. Yaqin vaqtlarga qadar modda tarkibida 10^{-2} - 10^{-3} % gacha konsentratsiyada bo'lgan qo'shimchalarni aniqlash bilan cheklanish bilan kifoya edi. Keyingi vaqtlarda atom materiallari va yarim o'tkazgich sanoatining paydo bo'lishi, jadal rivojlanishi, sun'iy yo'ldoshlarni, kompyuterlarni yaratilishi, shuningdek olovbardosh, maxsus qotishmalar ishlab chiqarishning o'sishi tahlilning fizika - kimyoviy usullarining sezgirlikini 10^{-5} - 10^{-8} % gacha oshirishni talab qildi, chunki qo'shimchalarning shu darajadagi kam miqdori ham materiallar xossalarini keskin o'zgartirishi va ba'zi texnologik jarayonlar yo'nalishini bo'zishi mumkinligi aniqlandi.

Hozirgi kunga kelib tahlilning fizika - kimyoviy usullarining yuzdan ortiq turlari yaratildi. Ularning eng asosiy usullari quyidagicha :

1. Spekttral yoki optik usullar.

2. Elektrokimyoviy usullar.

3. Xromatografik usullar.

4. Radiometrik usullar.

5. Mass-spektrometrik usullar.

Tahlilning spektral usullari

Tahlilning spektral usullari guruhiga quyidagilar kiradi :

-emission spektral tahlil - tekshiruvchi modda bug'larining emission spektrlarini (nur tarqatish yoki nurlanish spektrlarini) o'rganishga asoslangan fizik usul. Bu nurlar kuchli qo'zg'atuvchi manbalar (elektr yoyi, yuqori kuchlanishli uchqun) ta'sirida hosil bo'ladi. Bu usul moddaning element tarkibini ayni modda tarkibiga qanday elementlar kirganligini aniqlashga imkon beradi.

Alanga spektrofotometriyasi yoki alanga fotometriyasi emission spektral tahlilning bir turi bo'lib, tekshirilayotgan modda elementlarining zaifroq

qo'zg'atish manbalari ta'sirida hosil bo'luvchi emission spektrlarini tekshirishga asoalangan. Bu usul teshiruvchi namunaga asosan ishqoriy va ishqoriy er metallar shuningdek: galiy, indiy, taliy, qo'rg'oshin, marganes, mis singari metallarning miqdori haqida fikr yuritishga imkon beradi.



11.1- rasm. NICOLET EVOLUTION spektrometr analiz asbobi

-atom - adsorbsion spektrofotometrik tahlil usuli alanga gazlarida metall erkin atomlarining shu elementga hos to'lqin uzunligidagi yorug'lik energiyasini yutilishiga asoslangan. Bu usulda emission alanga fotometriyasi usulida aniqlab bo'lmaydigan surma, vismut, selen, rux, simob kabi elementlarni aniqlash mumkin.

-absorbsion spektroskopiya moddalarning har biriga xos bo'lgan yutish spektrlarini o'rganishga asoslangan;

-spektrofotometrik usul spektrning ultrobinafsha ko'rinuvchi va infraqizil sohalarida muayyan to'lqin uzunlikda yorug'lik yutishini o'lchashga asoslangan;

- fotokalorimetrik usul spektrning ko'rinuvchi sohasida nur yutilishini yoki yutilish spektirini aniqlashga asoslangan;

- tahlilning lyuminessent yoki fluoressent usuli moddalar ultrobinafsha nurlar bilan nurlantirilganda ulardan tarqaluvchi ko'rinuvchi nurlarning jadalligini (fluoressensiya) aniqlashga asoslangan;

-turbidimetriya rangsiz suzpenziyaning qattiq zarrachalari tomonidan yutiluvchi nurning intensivligini o'lchashga asoslangan;

-nefelometriya suzpenziyaning qattiq zarrachalari tomonidan qaytarilgan yoki sochilgan nurning intensivligini o'lchashga asoslangan.

- refraktometriya usuli sindirish ko'effisiyentini o'lchashga asoslangan;

- polirometrik usul qutblanish tekisligining aylanishini o'rganishga asoslangan.

Elektrokimyoviy tahlil usullari

Elektrokimyoviy tahlil usullari guruhiga quyidagilar kiradi :

Elektr tortma tahlil - elektrolit eritmalaridan doimiy tok o'tkazilganida elektrolarlarda cho'kma tarzida ajraluvchi moddalarni (metallar yoki oksidlarni) ajratib olib, analitik tarozida tortish va cho'kma massasi bo'yicha tekshiriluvchi eritmadagi moddaning miqdorini aniqlashga asoslangan.

Potensiometriya tekshiriluvchi eritmaga botirilgan indikator elektrod potensialining kimyoviy reaksiya natijasida o'zgarishini o'lchashga asoslangan, potensialning qiymati haroratga va eritma konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi.

Polyarografiya yacheykada elektrokimyoviy reaksiyaga bog'liq ravishda o'zgaruvchan tok kuchini o'lchashga, moddaning oksidlanishi yoki qaytarilishi natijasida indikator simob mikroelektrod yuzasida vujudga keladigan tok kuchini o'lchashga asoslangan.

Ampermetrik titrlash (voltamperli titrlash) polyarografik tahlilning bir turi bo'lib, tekshiriluvchi modda eritmasini titrlash jarayonida o'zgarmas kuchlanishda qutblanuvchi indikator elektrod va qutblanmaydigan taqqoslash elektrodi oralaridan o'tuvchi chegara diffuzion tokning qiymati o'zgarishini o'lchashga asoslangan.

Kulonometriya moddaning aniqlanuvchi miqdorini elektroliz qilish uchun sarflangan elektr miqdorini o'zgarmas potensialda o'lchashga asoslangan. Bu potensial ayni moddani ajralib chiqish potensialiga mos keladi.

Konduktometriya aniqlanuvchi moddalar eritmalarining elektr o'tkazuvchanliklarini o'lchashga asoslangan. Elektr o'tkazuvchanlik kimyoviy reaksiyalar natijasida o'zgaradi va elektrolitning tabiatiga, uning haroratiga, eritmaning konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi .

Yuqori chastotali titrlash konduktometrik titrlashning bir turi bo'lib, u ko'pincha, kontaktsiz konduktometriya deb yuritiladi. Yuqori chastotali titrlash jarayoni elektr o'tkazuvchanlik va magnit singdiruvchanlikni o'lchashga asoslangan.

Xromotografik tahlil usullari

Sorbent (xarakatsiz faza) qatlami bo'icha moddaning diskret qismi xarakatchan faza oqimida siljishga asoslangan va sorbsiya hamda desorbsiyaning ko'p marta takrorlanishi bilan bog'liq bo'lgan jarayon xromotografiya deyiladi. Xromotografiya jarayoni biri ikkinchisiga nisbatan xarakatlanuvchi ikkita faza orasida sodir bo'ladigan sorbsiya

taqsimlaqnish natijasida yuz beradi.

Ekvivalentlar qonuni analitik kimyodagi asosiy qonunlardan bo‘lib, titrometrik tahlil natijalarni asosiy kattaligidir.

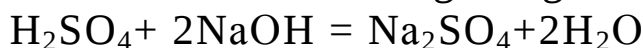
Ekvivalentlik faktori yoki omili f_{ekv} bu moddalarni haqiqiy zararlar (masalan, molekulyar moddada) vodorodning H^+ bir atomi uchun kislota asosli reaksiyalarda yoki oksidlovchi – qaytaruvchi reaksiyalarda bir elektron uchun ekvivalentligini belgilaydi.

$$f_{ekv}(x) = \frac{1}{z_x}$$

Bu yerda z_x vodorodni H^+ aralashgan ionlari (yoki qo‘shilgan) soni (kislotali asosli reaksiyalar uchun).

X - moddani kimyoviy formulasi.

Ekvivalentlik faktori 1 ga teng va undan katta bo‘ladi.

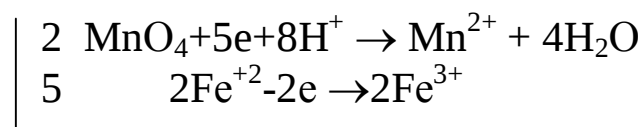


$$f_{ekv}(H_2SO_4) = 1/2$$

$$f_{ekv}(NaOH) = 1$$

$f_{ekv}(H_2SO_4) = 1/2$, bu H_2SO_4 molekulasini ushbu reaksiya uchun vodorodni bir ionini beradi.

$f_{ekv}(NaOH) = 1$, ushbu reaksiyada NaOH ni bir molekulasini o‘ziga vodorodni bir molekulasini biriktiradi.



Reaksiyasi uchun nordon muhitda

$$f_{ekv}(KMnO_4) = \frac{1}{5}$$

Ushbu reaksiyada $KMnO_4$ ning 1 / 5 molekulasini 1 elektronga ekvivalent, $f_{ekv}(Fe^{2+}) = 1$ Fe^{2+} ni bir ioni ushbu reaksiyada 1 elektronga ekvivalent.

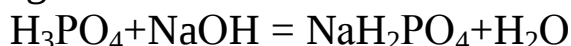
Ekvivalent modda X-qilinayotgan kislotali asosli reaksiyadagi haqiqiy yoki shartli zarracha, yo‘qolish vodorodni H^+ bir ioniga yoki oksidlovchi qaytaruvchi reaksiyada 1 elektronga ekvivalent.

Oksidlanayotgan (yoki qaytarilayotgan) modda ekvivalenti, bu berilgan moddaning shartli zarrachasi, ya‘ni berilgan kimyoviy reaksiya o‘ziga bir elektron qo‘shib oladi yoki o‘zidan bo‘shatadi. Umuman olganda qandaydir obrazlar bilan bitta elektronga ekvivalent bo‘ladi.

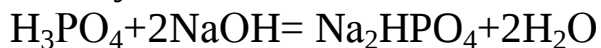
Masalan, $KMnO_4$ nordon muhitda oksidlanganda $KMnO_4$ ekvivalenti -

1/5 KMnO_4 shartli zarrachasidir, ya'ni $E_{\text{KMnO}_4} = 1/5 \text{ KMnO}_4$

Reaksiya (ta'sirida) bog'liq bo'lgan holda, moddani ekvivalenti o'zgarishi mumkin. Masalan:



reaksiya uchun fosforit kislota ekvivalenti : $\vartheta_{\text{H}_3\text{PO}_4} = 1\text{H}_3\text{PO}_4$



reaksiyasi uchun $\vartheta_{\text{H}_3\text{PO}_4} = 1/2 \text{ H}_3\text{PO}_4$

Ekvivalentning molyar konsentratsiyasi

Eritmadagi ekvivalent modda miqdorini eritma hajmiga nisbatiga yoki 1 litr eritmadagi ekvivalent modda mollari miqdoriga ekvivalentning molyar kon-tsetratsiyasi deyiladi.

Ekvivalent modda miqdori bu zarrachalari ekvivalent ko'rinishdagi modda miqdoridir. Birligi mol'da hisoblanadi.

$$\frac{n(\vartheta_x)}{V} = \frac{m_x}{M(\vartheta_x)V}$$

bu yerda : $n(\vartheta_x)$ — ekvivalent modda miqdori (mol);

V - eritma hajmi , litr;

m_x - eritilayotgan modda massasi, gramm;

M_x -eritilayotgan modda ekvivalentining molyar massasi, g/mol.

Masalan : $C_{1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4} = 0,1 \text{ mol/l}$ bo'lsin. Bu quyidagini bildiradi, kislotali asosli reaksiyadagi 1 litr eritmada 0,1 mol sul'fat kislota ekvivalenti bor. H_2SO_4 ekvivalentning molyar massasi qo'yidagicha yoziladi:

$M_{1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4} = 0,1 \text{ g/mol}$, bu (ushbu eritma) 4,9 gramm H_2SO_4 1 litr eritmaning tarkibida bor degani.

Eritma kontsetratsiyasini molyar konsentratsiya ko'rinishda yozish grometriyada qo'l keladi. Ekvivalentlar qonuniga asosan, moddalar eritmalarini hajmlari ekvivalentlarning molyar konsentratsiyasiga teskari proportsional, ya'ni



bu yerda : V_{A} - moddaning eritmasini hajmi, ml.

V_{B} - modda bilan reaksiyaga sarflangan moddaning eritmasini hajmi, ml.

$C(\vartheta_{\text{A}})$ – A modda eritmasini ekvivalent molyar konsentratsiyasi ;

$C(\vartheta_{\text{B}})$ – B modda eritmasini ekvivalent molyar konsentratsiyasi.

Agar 0,1 mol/l ekvivalent molyar konsentratsiyali A moddali eritmadan 10 ml titrlash uchun olsak va A moddani miqdorini titrlash uchun 0,1 mol/l

ekvivalent molyar konsentratsiyali V modddadan ham 10 ml sarf qilishimiz kerak.

Nazorat savollari

1. Fizika - kimyoviy usullarining eng asosiy usullari nima?
2. Tahlilning spektral usullari nimalarni aniqlashni o'z ichiga oladi?
3. Elektrokimyoviy tahlil usullari guruhiga nimalar kiradi?
4. Xromatografiya usullar deb nimaga aytiladi?
5. Fizika - kimyoviy usullarining yutuqlari va kamchiligini ayting.
6. Ekvivalentlar qonuni nimani ifodalaydi?
7. Ekvivalentlik faktori necha elektron uchun ekvivalentligini belgilaydi?

12 – MARUZA. FIZIKA - KIMYOVIY TAHLILDA KOHSENTRATSIYANI ANIQLASH USULLARI

- Reja:** 1. Bevosita o'lchash usullari. Darajalangan grafik usuli.
2. Taqqoslash usuli. Qo'shish usuli
3. Bilvosita aniqlash usullari. Molyar xossalar usuli
4. Tirtlash usullari.

Fizika-kimyoviy tahlilda moddalar kohsentratsiyasini aniqlashning bir necha usullari bor. Ularni umuman ikki guruhga ajratish mumkin: moddalarning standartlaridan foydalanish orqali aniqlanadigan (titrlash usullari bilvosita o'lchash usullari) va moddalarning analitik ko'rsatgichlaridan foydalanib aniqlash (bevosita o'lchash usullari).

Bevosita o'lchash usullari

Bu usullarda analitik signalning tekshiriluvchi moddaning tabiati va kohsentratsiyasiga bog'liqligidan foydalaniladi. Masalan, emmision spektraskopiyada spektr chizig'ining to'lqin uzunligi, polyarografiyada esa yarim to'lqin potentsiali modda tabiati bog'liq bo'lgan xossalari, miqdoriy harakteristika tarzida esa spektraskopiyada signal jadalligi spektr chizig'ining jadalligi, polyarografiyada esa difuzion tok kuchi xizmat qiladi.

Analitika amaliyotida fizika – kimyoviy tahlilning quyidagi bevosita miqdoriy aniqlash usullari eng ko'p ishlatiladi:

1. Darajalangan grafik usuli;
2. Taqqoslash (standartlar) usuli;
3. Qo'shish usuli.

Bularning hammasiga standart namunalar (yoki eritmalar)dan foydalaniladi.

Darajalangan grafik usuli

Moddaning aniq kohsentratsiyali standart eritmasidan turli xil kohsentratsiyali eritmalar tayyorlanadi. Tayyorlangan eritmalar xossalarning qiymatlari asbobda o'lchanadi va odatda $y = f(c)$ koordinatalardan darajalangan grafik tuziladi.

Bu erda, c standart namunadagi (eritmadagi) aniqlanuvchi komponentning kohsentratsiyasi. So'ngra ayni sharoitning o'zida tekshirilayotgan namunaning xossalari ham o'lchanadi va darajalangan grafikka taqqoslab, tekshirilayotgan moddaning kohsentratsiyasi topiladi. Darajalangan grafikdagi kohsentratsiyalar oralig'i tekshiriluvchi kohsentratsiyalar sohasini o'z ichiga olish, standart namunaning (eritmaning) tarkibi esa tekshiriluvchi namuna tarkibiga yaqin bo'lishi kerak.

Taqqoslash usuli

Bu usuldan tarkib - xossa bog'liqlik grafigi to'g'ri chiziqli ko'rinishda bo'lganida va koordinata o'qlarining boshidan o'tganida foydalaniladi. Asbobda standart va tekshiriluvchi eritmalar xossalarning qiymatlari (harakteristikalar) o'lchanadi. Bunda standart va tekshiruvchi eritmalar kohsentratsiyalarining nisbatlari harakteristikalar nisbatlariga teng bo'ladi:

$$C_{st}/C_x = J_{st}/J_x$$

$$C_x = C_{st} J_x / J_{st}$$

Taqqoslash usulining aniqligi darajalangan grafiklar usuliga nisbatan kamroq bo'ladi va undan asosan standartlarni o'lchash uchun foydalaniladi.

Qo'shish usuli

Bu usulda avval namuna analitik signalining jadalligi o'lchanadi, so'ngra namunaga kohsentratsiya C_{st} bo'lguncha standart eritmadan ma'lum hajmda jadalligini J_x , namunaga standart eritma qo'shilgandan keyingi signal jadalligining J_{x+st} deb belgilasak, u holda $J_x = A \cdot C_x$ bo'ladi bundan

$$J_{x+st} = A(C_x + C_{st})$$

$$C_x = C_{st} (J_x / J_{x+st} - J_x)$$

kelib chiqadi.

Keyingi tenglama grafik yo'li bilan echiladi.

Bilvosita aniqlash usullari

Bilvosita aniqlash usullari quyidagi ikki xil ko'rinishda bo'ladi.

1. Molyar xossalar usuli.

2. Titrlash usullari.

Molyar xossalar usuli. Molyar xossalar usuli bir necha standart namunalar yoki eritmalar analitik signalining jadalligi o'lchanadi va molyar xossa A, yani moddaning 1 moliga mutanosib analitik signal jadalligi hisoblab chiqiladi: $A = J/S$. So'ngra ayni shu sharoitda tekshiriluvchi namuna signalining intensivligi o'lchanadi va $S = J/A$ nisbatdan tekshiriluvchi komponent-ning kohsentratsiyasi hisoblab topiladi. Ushbu usulda aniqlanuvchi kohsentratsiyalar sohasida $J = A \cdot S$ bog'liq-ligiga qat'iy rioya qilinadi.

Titrlash usullari. Bu usullarda titrlash davomida analitik signal J ning jadalligi o'lchab boriladi va $J - V$ koordinatalarda (V qo'shilgan titrantning hajmi, ml) titrlash egri chizig'i to'ziladi. Umuman titrlash egri chiziqlari ikki xil bo'ladi: integral titrlash egri chiziqlari grafikda analitik signal qiymatlari quyiladi va differensial titrlash egri chiziqlari grafikda ketma-ket o'lchangan ikki analitik signal qiymatlarining ayirmasi qo'yiladi.

Umuman olganda analitik kimyoda kohsentratsiyani ifodalashning necha miqdoriy usullari ma'lum. Bularga quyidagilar kiradi:

1. Prosent kohsentratsiya.

2. Molyar kohsentratsiya (molyarlik).

3. Ekvivalent kohsentratsiya, yoki normallik.

4. Molyal kohsentratsiya.

Prosent kohsentratsiya - bu eritmaning 100 birlik massasida erigan moddaning massalar soni (masalan, grammlar soni) bilan belgilanadi.

$$\text{Foiz konstratsiya } C\% = \frac{\text{erigan modda massasi}}{\text{eritmaning umumiy massasi}} \cdot 100$$

Misol: natriy xloridning 10 prosentli eritmasi deyilganda shunday eritmasi tushuniladiki, uning 100 gramida 10 gramm NaCl va 90 gramm H_2O bo'ladi.

Molyar kohsentratsiya (molyarlik) 1 litr eritmada erigan modda mollari

soni bilan belgilanadi.

Molyar kohsentratsiyaning matematik ifodasi $s=n/v$, mol/litr bilan ifodalanadi.

Bu yerda: s - molyar kohsentratsiya ,
 n - modda miqdori (mollari soni),
 v - eritma hajmi (litr).

Misol: Nitrat kislotaning 2 molyar eritmasi deyilganda har litrida ikki mol, yani 126 gramm HNO_3 bo'lgan eritma tushuniladi.

Ekvivalent kohsentratsiya yoki normallik eritmaning bir litrida erigan modda ekvivalentlar soni bilan topiladi (n harfi bilan belgilanadi).

Misol: Nitrat kislotaning $2n$ eritmasi deyilganda har litrida ikki ekvivalent, yani 126 gramm HNO_3 bo'lgan eritma tushuniladi.

Molyal kohsentratsiya (molyallik C harfi bilan belgilanadi) erituvchining 1000 grammdagi erigan moddaning mollar sonidir. Bu yo'l bilan aniqlangan kohsentratsiya mol massa kohsentratsiyasi (molyarlik) deyiladi.

Nazorat savollari

1. Fizika –kimyoviy tahlilning qaysi bevosita miqdoriy aniqlash usullari ko'p ishlatiladi?
2. Bilvosita aniqlash usuli necha xil ko'rinishda bo'ladi?
3. Analitik kimyoda konsentrasiyani ifodalashning nech miqdoriy usullari ma'lum?

13 – MARUZA. GRAVIMETRIK TAHLIL. GRAVIMETRIK TAHLIL MOHIYATI

- Reja:**
1. Gravimetrik tahlil turlari.
 2. Gravimetrik tahlil nimani aniqlashga asoslangan?
 3. Gravimetrik tahlilning amalda qo'llanilishi.
 4. Cho'ktirilgan shakl.

Gravimetrik tahlil deb, miqdoriy tahlilning aniqlanadigan modda miqdorini, tekshiriladigan namuna massasini o'lchash bilan olib boriladigan aniqlash usuliga aytiladi.

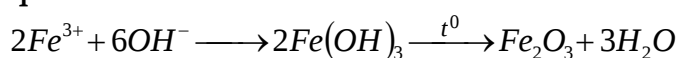
Gravimetrik tahlil modda massasini aniqlashga asoslangan.

Gravimetrik tahlil uch turga bo'linadi:

- 1) ajratish;
- 2) cho'ktirish;
- 3) haydash;

1. Ajratish usulida aniqlanayotgan modda aralashmadan ajratib tozalanadi va massasi analitik tarozida tortiladi. Masalan: Temir bilan oltingugurtning aralashmasidan temirni magniga tortilish hususiyatidan foydalanib ajratish mumkin.

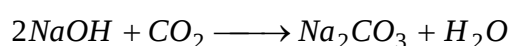
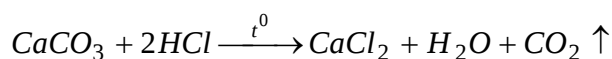
2. Cho'ktirish usulida aniqlanadigan modda kimyoviy reaksiya yordamida tarkibi aniq bo'lgan qiyin eriydigan birikma holida cho'ktiriladi. Bunda cho'kma qizdirilib tarkibi aniq bo'lgan boshqa moddaga aylantiriladi va shu moddaning massasi analitik tarozida tortilib modda miqdori aniqlanadi. Masalan:



aniqlanadigan cho'ktiriladigan tortiladigan modda shakl.

3. Haydash usulida aniqlanadigan modda uchuvchan birikma holida haydaladi. Bunda aniqlanadigan modda qizdirish yoki boshqa modda (reaktiv) ta'sirida uchuvchan birikma hosil qiladigan holiga o'tkazish bilan ajratiladi. Haydash usullari to'g'ri va teskari bo'lishi mumkin.

To'g'ri haydash usullarida aniqlanadigan modda biror o'ziga hos yutuvchiga yutiladi va yutuvchi massasining oshishiga qarab aniqladigan moddaning miqdori hisoblanadi.



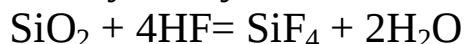
Teskari aniqlash usullarida aniqlanadigan modda to'liq parchalangandan keyin qolgan massasi o'lchanadi. Haydashdan oldingi va keyingi massalar farqi aniqlanadigan modda miqdorini hisoblash imkonini beradi.

Gravimetrik tahlil eng qadimgi va eng aniq, tahlil turlaridan biri. Tahlilning asosiy kamchiligi uzoq vaqt davom etishidir. Lekin ayrim hollarda ushbu usuldan boshqa usullarni qullab bo'lmaydi. Masalan, mahsulot balansini hisoblashda. Tahlilning aniqligi tahlil olib borish metodikasiga amal qilishga va cho'kmani tozaligiga bog'liq.

Gravimetrik tahlilda aniqlanuvchi modda yoki biror uchuvchan birikma kurinishida haydaladi (haydash usullari) yoki eritmadan qiyin eruvchi birikma ko'rinishida cho'ktiriladi (cho'ktirish usuli). Haydash usuli bilan, masalan kristallgidratlardagi kristal suv aniqlanadi. Qizdirish davrida birikma bo'zilmay, faqatgina suvni ajratib boshqa kimyoviy o'zgarishlarga uchramasa kristallgidratdagi kristallizasion suvni *miqdori haydash* usuli bilan aniqlanadi.



Ko'pincha SiO_2 aniqlash uchun ftorid kislota bilan reaksiyasidan foydalaniladi. Kimyoviy reaksiya natijasida uchuvchan SiF_4 hosil bo'ladi:



Shunga o'xshash reaksiya mahsulotlaridan biror uchuvchan birikma beruvchi korbonatlar, ba'zi nitratlar va boshqalarni aniqlashda ham qullaniladi. Tahlil qilinuvchi komponent miqdori qizdirish natijasida modda massasining o'zgarishi (ko'pincha kamayishi) yoki gazsimon reaksiya mahsulotining biror moddaga yutilishi natijasida uning massasini ortishi buyicha aniqlanadi.

Cho'ktirish usuli haydash usuliga nisbatan amalda keng qulamda qullaniladi va uning amaliy ahamiyati ham ancha kattadir.

Eritmadan aniqlanuvchi komponentni cho'ktirilsa, unga cho'ktirilgan shakl deyiladi.

Masalan, sulfatni cho'ktiruvchi shakli, BaSO_4 temir (III) ionniniki esa $\text{Fe}(\text{OH})_3$ bo'ladi. Cho'kma filtrlanib yuvilgandan keyin quritiladi, yuqori temperaturada qizdirilib tortiladi va doimiy og'irlikka keltiriladi. Cho'kma quritilganda, yuqori temperaturada qizdirilgan vaqtda kimyoviy jarayon vujudga kelishi mumkin, masalan:



Gravimetrik tahlilda har qanday cho'kma ham cho'ktiriladigan shaklda qo'llanavermaydi.

Aniqlanishi kerak bo'lgan moddani suyuq eritma holiga o'tkazamiz. Eritmaga cho'ktiruvchi eritma qo'shamiz, ma'lum bir komponent suvda ajraladi. Cho'kmaga to'shgan moddaning hammasini ajratib olish kerak. Eritmada faqat analitik tarozida aniqlash mumkin bo'lmagan cho'kmani qolishi mumkin. Oddiy analitik tarozilarning sezgirligi 0,0001 gramm. Bundan kelib chiqib shunday xulosaga kelish mumkin:

Eritmada erimagan birikmalarning, cho'kmaga tushmaydigan birikmalarning va analitik tarozida aniqlash mumkin bo'lmagan cho'kmaning og'irligi 0,0001gramm 1 litr suvda bo'lishi kerak. Bunga suyuqlik bilan yuvilganda qolgan birikmalar ham kiradi. Bunda erimaydigan moddani eruvchanligi tekshirilayotgan moddada $0,0001 / 100 = 10$ grammdan oshmasligi kerak.

Yirik kristall cho'kmalar va oson seziluvchi cho'kmalar filtr qog'ozda yuviladi. Amorf cho'kmalarini odatda filtrdan o'tkazishdan oldin dekantasiya usulidan foydalanib iliq suyuqlikda (ko'pincha suv) yuviladi. Buning uchun cho'kma ustidagi tiniq eritma ehtiyotkorlik bilan

filtr orqali soʻziladi. Choʻkmani dekantasiya qilib yuvish qayta choʻktirish jaranida qoʻllaniladi. Buning uchun birinchi hosil qilingan choʻkma toʻliq filtrdan oʻtkaziladi. Dekantasiya usuli bilan yuvilgandan soʻng eritiladi (filtrdagi oz miqdordagi choʻkma ham) va qayta choʻktiriladi. Filtr qogʻozdagi choʻkma bir necha marta oz miqdordagi yuvuvchi suyuqlik bilan yuviladi. Tayyorlangan yuvuvchi suv bilan choʻkmani koʻp hajmdagi suv bilan yuvishdan koʻra, oz-oz hajmda yuvish yanada yaxshiroq samara beradi.

Tahlilni oxirgi bosqichlaridan qizdirish va sovitib tortish natijasida namuna oʻzgarmas ogʻirlikga keltiriladi, soʻngra tarozida tortiladi. Hisob kitoblar qilinib, tahlil natijalari oʻrganiladi.

Qizdirish 100-125°C haroratda maxsus pechlarga olib boriladi. Bunda haroratni keskin ortishi jarayonini oʻzgarishiga olib keladi.

100-125°C haroratda bir soat mobaynida qizdirilgan namuna maxsus moslamalarda (eksikator) sovitiladi. Maxsus moslamalarni sovitishda namuna oʻz xossasini oʻzgartirmaydi. Ochiq, havoda sovitilganda qizib turgan namuna atrofdagi namlikni oʻziga tortib olishi va oʻz xossasini oʻzgartirishi mumkin.

Amalda qoʻllanilishi. Gravimetrik tahlil eng universal usullardan biridir. U deyarli istalgan elementlarni aniqlash uchun qoʻllaniladi. Gravimetrik tahlilni koʻp qismida bevosita aniqlash usulidan foydalaniladi. Yaʼni aniqlanuvchi aralashmadan faqat kerakli komponent ajratiladi va shaxsan oʻzi birikma kurinishda tortiladi. Davriy sistema elementlaridan bir qismi (masalan, ishqoriy metall bir qator boshqa birikmalar) koʻpincha bilvosita yoʻl bilan tahlil qilinadi. Bunday hollarda avvalo ikkita maʼlum komponent ajratilib, Gravimetrik shaklga oʻtkaziladi. Soʻngra birikmadan biri yoki har ikkisi boshqa Gravimetrik shaklga oʻtkaziladi va yana choʻktirilgan har bir komponent miqdori uchun murakkab boʻlmagan usullar boʻyicha hisoblanadi.

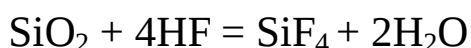
Suvning miqdorini aniqlash. Namunadagi suv namligini bilish tahlil natijasi va boshqa komponentlarning miqdorini aniq hisoblash uchun zarurdir. Shu bilan birga suv juda koʻp birikmalar tarkibida maʼlum stexiometrik nisbatda (kristallogidratlar) boʻladi. Suv miqdorini aniqlash uchun bevosita va bilvosita usullar ishlab chiqildi.

Bilvosita usuli boʻyicha namuna qizdirilganda yoki shiddatli nam tortuvchi birikma (P_2O_5 konts. H_2SO_4 va boshqalar) solingan eksikatorida saqlanganda uning massasini kamayishi boʻyicha suv miqdori hisoblanadi. Agar namunada suvdan boshqa jarayon boʻlmasa, yaʼni suvdan boshqa uchuvchan modda boʻlmasa, ayni usul yaxshi natija beradi. Namlikni

aniqlash uchun odatda namuna 105 yoki 110⁰C da o'zgarmas og'irlikka kelguncha qizdiriladi. Bunda stexiometrik yoki kristall suv har doim yo'qolmaydi, ba'zi bir moddalar, jumladan, temir, alyuminiy va boshqa modda gidroksidlari ancha yuqori harorat (700⁰ – 800⁰C va undan ko'p) talab qiladi. Organik modda namligini aniqlashda ko'pincha 100⁰ C dan past haroratda vakuumda isitishda foydalaniladi.

Suv miqdorini bevosita aniqlashda suv bug'lari maxsus quritgich modda (CaCl₂, Mg(ClO₄)₂ va boshqalar) ga yutqaziladi. Quritgich suvdan boshqa moddani yutmasa, suv miqdorini quritgich og'irligini ortishi bo'yicha aniqlanadi.

Silikat kislota aniqlash. Silikat kislota yoki uning tuzlari ko'pchilik tog' jinsi, ma'dan va boshqa obektlar tarkibiga kiradi. Tog' jinslari yoki ma'danlarni kislota bilan ishlaganda silikat kislota o'z tarkibida har xil miqdorda suv tutgan holda cho'kmaga tushadi. Agar namuna tahlili qizdirish bilan boshlansa, u holda gidratlangan silikat kislota qurumi kislotali ishqor qismida qoladi. Bunday hollarda ko'pchilik elementlar eruvchan birikmalar hosil qiladi va cho'kmadan filtrlash yo'li bilan osongina ajratiladi. Ammo to'liq ajralmasligi ham mumkin, chunki gidratlangan silikat kislota kalloid eritma holida osonlik bilan o'tib ketishi mumkin. Shu sababli filtrlash oldidan silikat kislota HCl qo'shib butunlay suvsizlantiriladi. Qizdirish vaqtida silikat kislota suvsiz gravimetrik shakl SiO₂ holga o'tadi. Gidratlangan silikat dioksid SiO₂·H₂O a'lo darajali adsorbent hisoblanadi. Shu sababli cho'kma SiO₂ qoldiqlarini o'ziga yutish hisobiga ifloslangan bo'lishi mumkin. Silikat dioksidni haqiqiy miqdorini cho'kmani ftorid kislota bilan ishlash natijasida SiF₄ gaz holda uchib ketadi:



Cho'kmani HF bilan ishlaganda yo'qotilgan miqdor namunadagi SiO₂ ni massasiga teng bo'ladi.

Temir va alyuminiy aniqlash. Silikatlar, ohaktosh, ba'zi bir ma'danlar va boshqa tog' jinslari tahlilida bu elementlar ko'pincha titan, magniy va fosfatlar bilan aralash holda gravimetrik usul bo'yicha aniqlanadi. Bunday aralashma odatda yarim oksidlar deb ataladi. Odatda silikat kislota ajratib olingandan so'ng kislotali eritmada sulfidlar holda cho'ktiriladi. Cho'kma ajratib eritmada vodород sulfid yo'qotilgandan so'ng, yarim oksidlar yig'indisi ammiakli bufer aralashma ishtirokida ammiak orqali ch'ktiriladi. So'ngra qaytadan filtrlanadi, yuviladi, quritib yuqori haroratda qizdiriladi. Qizdirilgan cho'kma tarkibida Fe₂O₃, Al₂O₃, TiO₂, MnO₂ lar bo'ladi. Ayrim vaqtlarda tahlil shu bilan tugatiladi, chunki

oksidlar yig'indisini aniqlash yetarli bo'lib, har bir komponent miqdorini bilish talab qilinmaydi. Zarur bo'lgan taqdirda agar tahlilni chuqurroq bilish talab qilinsa, u holda qizdirilgan cho'kma kaliy pirosulfat bilan yuqori haroratda qorishtiriladi. Bunda oksidlar eruvchan sulfatga aylanadi va eritilib har bir komponent alohida aniq-lanadi. Ya'ni, temir gravimetrik yoki titrometrik, titan va manganfotometrik, fosfor-gravimetrik usullar bo'yicha aniqlanadi. Alyuminiy miqdori aniqlashlar farqi bo'yicha topiladi. Yarim oksid yig'indisini gravimetrik usulda aniqlash Fe^{3+} ni

Fe^{2+} ga qaytarish va himoyalovchi vino kislota ishtirokida ammiakli muhitda vodorod sulfid bilan cho'ktirishga asoslangan. Cho'kma FeS , HCl da eritiladi, nitrat kislota qo'shib isitish bilan oksidlanadi va temir (III) ni ammiak bilan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ holida cho'ktiriladi. Tahlilni qizdirilgan Fe_2O_3 ni tortish bilan tugatiladi.

Nazorat savollari

1. Gravimetrik tahlil nimani aniqlashga asoslangan?
2. Gravimetrik tahlil necha turga bo'linadi?
3. Haydash usuli necha xil bo'ladi?
4. Gravimetrik tahlilni aniqlashda qaysi usuldan foydalaniladi?
5. Cho'ktirilgan shakl deb nimaga aytiladi?

14 – MARUZA. ELEKTROGRAVIMETRIK TAHLIL. ELEKTROGRAVIMETRIK TAHLILNING MOXIYATI. ELEKTROLIZ

- Reja:**
1. Elektrogravimetrik tahlil.
 2. Tashqi elektroliz qurilmasi.
 3. Elektroliz prosesslar.
 4. Elektro tortma tahlil.

Aniqlanayotgan moddaning eritmasidan o'zgarmas elektr toki o'tishi natijasida elektrodda moddaning miqdoriy ajralishiga asoslangan. Og'irlik qolipi yoki formasi bo'lib ajralgan modda xizmat qiladi.

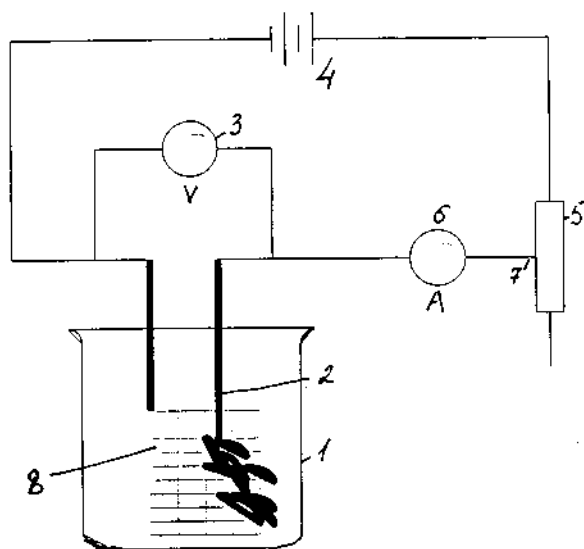
Elektrod sifatida ko'pincha platinali setka va spirallar qo'llaniladi. Aniqlanayotgan moddaning eritmasiga cho'kkan elektrodga qandaydir kuchlanish ulanadi. Qachonki u ma'lum belgilangan kattalika, yetganda, zanjirda tuxtovsiz tok oqadi. Bu kuchlanishni ko'payishi natijasida yuz beradi (elektrolitni elektrolitik ajralishi parchalanishi, elektroliz). Zanjirda

elektroliz boshlanishdagi tashqi kuchlanishni minimal miqdori ajralishidagi kuchlanishi deyiladi va quydagicha belgilanadi E_{ajr}

Amaliy jihatdan elektrodda moddaning ajralishi ancha yuqori kuchlanishlarda yuz beradi .

Ajralishdagi kuchlanish bilan, amaliyotda qo'llaniladigan kuchlanishni farqi o'ta kuchlanish deyiladi. O'ta kuchlanishni paydo bo'lishi elektrokimyoviy va konsentrasyon qutblanish hodisasida o'rganilgan. Elektrokimyoviy qutblanish elektrodda aniqlanayotgan modda bilan bir vaqtda gaz hosil qiluvchi mahsulotlarni (H_2 , O_2 , Cl_2) ajralishiga bog'langan. Bu hodisa elektroddagi ajralgan metall cho'kmani sifatini yomonlashishiga, bulutsimon, teshik-teshik cho'kmalarni hosil bo'lishiga olib keladi. Bu elektrodni yuzasiga yaxshi yopishmaydi. Bunday hodisadan qutilish uchun elektrodga depolyarizator qushilishi kerak. Bu elektrolizda gaz hosil qiluvchi mahsulotlarni va bulutsimon cho'kmalarni hosil bo'lishini oldini oladi. Elektro-kimyoviy qutblanish elektrolitda ajralayotgan modda o'sayotgan kristallarini paydo bulishini rostlaydigan rostlash tok zichligi bog'lik bo'ladi. Masalan, tokni past kuchlanishlarida elektrodda mayda mustahkam o'tirgan kristallari ko'rinishidagi metallning tez ajralishi yuz beradi. Tokning yuqori zichligida elektrod bilan kuchsiz bog'langan yirik kristallar shoxlarini hosil qiladi.

Konsentrlagan qutblanishda elektroddan yuzani eritma qushilishi yuz beradi. Bu eritmani yaxshilab aralashtirish bilan yuqotish mumkin. Ushbu usul tashqi E.Y.U.K qo'llanganligi uchun tashqi E.Y.U.K li elektoliz deyiladi. Qurilma sxemasi quyidaga 14.1 - rasmda tasvirlangan.



14.1- rasm. Tashqi elektroliz qurilmasini sxemasi

- 1-elektrolizer; 2-platinali anod;
 3-voltmetr; 4-o'zgaras tok manbasi;
 5-reostat; 6-ampermetr;
 7-reostat sirgalgichi; 8-platinali katod.

Elektrogravimetrik usulda tashqi E.Y.U.K qo'llamasdan ham *tahlil* qilish mumkin. Bu ichki elektrolizdir. Ichki elektrolizni kamchiligi aniqlanayotgan metallni bir qism ionlari anodga cho'kishi natijasida metallni sementasiyalanib qolishidir. Sementasiyalanishni elektrolitlar orasidagi kontaktning yomonligidan anoddagi manfiy zaryadlarni yetarli tez o'lchamasligi. Shuning uchun anodda elektrolitlarni ortishi yuz beradi va manfiy potensial uni shunchalik kuchaytiradiki aniqlanayotgan metall ionlarni ma'lum qismi anodda tiklanadi. Anodni materialiga ancha elektromusbat metall qushilganida, ushbu jarayon juda oson yuz beradi. Masalan, ruxdan yasalgan anod temir bilan ifloslangan bo'lsa.

Sementasiyalashda himoyalaniish uchun, anod va katod fazalarini diafragma, plastinkalari bilan tusish kerak yoki anodni yupka kolloid plenka bilan koplash kerak,

bundan tashqari anodni yuqori tozalikdagi metalldan qilish ham mumkin.

Quyidagi 14.1-jadvalda ba'zi metallarni kuchlanishi keltirilgan.

14.1-jadval.

Metallarni kuchlanishi.

Metall	Elektrolit	E, B
Rux	ZnSO ₄	2,55
Nikel	NiSO ₄	2,09
Qo'rg'oshin	Pb(NO ₃) ₂	1,52
Kadmiy	CdSO ₄	2,03
Kobolt (II)	CoSO ₄	1,92
Mis (II)	CuSO ₄	1,47
Kumush	AgNO ₃	0,70

V ni bilib eritmadagi metallni kohsentratsiyasini bilish mumkin :
 Masalan, CuSO₄ $E_p = V = E_A - E_K$; $E_K = E_A - 1,49$

Bu yerda, E_A - anoddagi kuchlanish;

E_K - katoddagi kuchlanish.

E_A - o'ta kuchlanganligini hisobga olib 1,7 V

$E_K = 1,7 - 1,49 = 0,21$ V

$0,21 = 0,34 + (0,059 / 2) \cdot \lg [Cu^+] - 0,13 = 0,03 \lg [Cu^{++}]$

$\lg [Cu^{++}] = - 0,13 / 0,03 = - 4,33$

$$[\text{Cu}^{++}] = 10^{-4,33} = 4,7 \cdot 10^{-5} \text{ m / l}$$

Nerst tenglamasi bo'yicha:

$$E = E_0 + (R T / n F) \ln C \text{ yoki}$$

$$E = E_0 + (0,059 / n) 1gC$$

Bu yerda , $R = 8,313 \text{ Dj}$

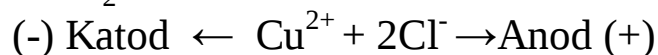
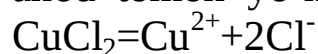
$$T = K$$

$$F = 96500 \text{ K}$$

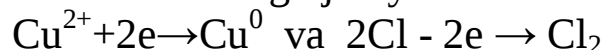
Elektroliz prosesslar. Elektr toki manbai yordamida olib boriladigan oksidlanish-qaytarilish jarayoni elektr energiyasini kimyoviy energiyaga aylantirishni amalga oshirib beradi. Bunday jarayonni *elektroliz* deb ataladi.

Elektrolitlar eritmasiga elektrodlar tushirib, ularni doimiy elektr toki manbai bilan ulanganda musbat zaryadlangan ionlar (kationlar) katod (manfiy zaryadli elektrod) tomon, manfiy zaryadga ega bo'lgan ionlar esa anod (musbat zaryadli elektrod) tomon siljishi yuzaga keladi. Katod yuzasida kationlar o'ziga elektronlarni qabul qilib qaytariladi, anionlar esa anod yuzasi bilan to'qnashib o'zlarining elektronlarini beradi, yani anionlar oksidlanadi.

Masalan, CuCl_2 ning suvdagi eritmasida Cu^{2+} va Cl^- ionlari katod va anod tomon yo'naladi:



Elektrolidlardagi jarayonlar:



Mis ionlari katoddan elektron biriktirib oladi va erkin metall holigacha qaytariladi, xlor ionlari elektronlarini beradi, atomlar xlogacha oksidlanadi va ikkita xlor atomi birikib gaz holdagi molekulaga aylanadi.

Elektroliz jarayoning mohiyati ham shunda katodda qaytarilish, anodda esa oksidlanish jarayoni amalga oshadi.

Sanoatda elektroliz jarayonidan foydalanib marganets, kobalt, rux, kadmiy va boshqa metallarni, kaliy gidroksid, xlor, kislorod, vodorod va boshqa ko'pgina mahsulotlar olinadi.

Tuzlarni hosil qiluvchi kislata va ishqorlar xossalariga qarab ularning elektroliz jarayonida turli holatlar bo'lishi mumkin.

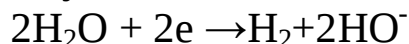
1) bunday tuzlar tarkibidagi metal ionining oksidlanish-qaytarilish standart potentsiali noldan katta bo'lganda **katodda** faqat tuz hosil qiluvchi asos kationi (Cu-Au) qaytariladi.

2) neytral eritma elektroliz qilinganda metallning standart elektrod potentsiali - 0,41 B dan musbat qiymatiga ega bo'lsa, katodda shunday metal qaytariladi.

3) agar metallning standart elektrod potentsiali magniynikidan musbatroq qiymatga ega bo'lsa, katodda bir vaqtning o'zida metal va vodorod hosil bo'ladi.

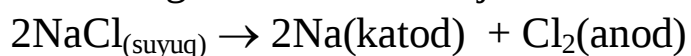
Elektroliz qilinayotgan tuz konsentratsiyasi, jarayonni olib borishdagi *tok zichligi* (tok kuchining elektrod sathiga nisbati), temperatura va boshqa sharoitlarning o'zgarishi elektroliz mahsuloti, gaz va metallning miqdorlariga ta'sir qiladi. Bunday hollarda miqdoriy hisoblarni bajarish natijalari aniq bo'lmaydi.

Katodda vodorodning hosil bo'lishi kislotali sharoitda to'g'ridan – to'g'ri H^+ ionlarining qaytarilishi natijasi bo'ladi. Neytral yoki ishqoriy sharoitda esa bu jarayonda suv molekulasining elektrkimyoviy qaytarilishi yuz beradi:



Elektroliz jarayonlari qo'yidagilarda ko'zatiladi:

1. Elektrolizdan foydalanib, ishqoriy va ishqoriy yer metallari hamda ayrim aktiv metallar ularning birikmalaridan ajratib olinadi. Misol,



2. Elektrolizdan foydalanib, gazlar, ayrim kislotalar va boshqa moddalarni ajratib olish mumkin. Masalan,



3. Metallarni ustki qismini boshqa metallar bilan qoplashda elektrolizdan foydalaniladi.

4. Elektroliz sanoatda nihoyatda katta ahamiyatga ega. Usiz hozirgi kimyo sanoatining juda ko'p sohalarini tasavvur qilib bo'lmaydi.

Anod jarayonida bo'ladigan reaksiyalar ko'p holatlar bilan bog'liq. Agar anod sifatida qiyin oksidlanadigan metall, grafit, platina va oltin bo'lsa (ularni *inert anodlar* deb ataladi) uning kimyoviy jihatdan o'zgarishi kuzatilmaydi.

Elektroliz davomida metal oksidlanishi mumkin, unday elektrodini *aktiv anod* deb yuritiladi.

Mis sulfidni mis anodi ishtirokida olib borilgan elektroliz davomida katodda mis ajralib chiqadi, chunki $E_{Cu^{2+}/Cu}^0 = 0,34$ B (bu qiymat - 0,41 B dan katta). Anodda mis metali oksidlanadi.

(+) katod

Bu jarayonni unchalik toza bo'lmagan misni va boshqa metallarni

elektrolitik usulda tozalash — *rafinatsiya* qilish usuli deb ataladi.

Bunday metallar (Cu, Ni, Cr, Zn, Ag, Cd, Fe, Sn) elektronlarni tashqi anodga o'zlari uzatadi.

Elektro tortma tahlil.

Elektrolit eritmalardan doimiy tok o'tkazilganda elektrodlarda cho'kma tarzida ajraluvchi moddalarni (metallar yoki oksidlarni) ajratib olib, analitik tarozida tortish va cho'kma massasi bo'yicha tekshiriluvchi eritmadagi moddaning miqdorini aniqlashga asoslangan.

Nazorat savollari

1. Elektrogravimetrik tahlil nimaga asoslangan?
2. O'ta kuchlanish deb nimaga aytiladi?
3. Ajralishdagi kuchlanish deb nimaga aytiladi?
4. Elektroliz jarayonlari qachon amalga oshiriladi?
5. Elektro tortma tahlil qaysi moddaning miqdorini aniqlashga asoslangan?

15 - MA'RUZA. OPTIK TAHLIL USULLARI. NEFELOMETRIK VA TURBIDIMETRIK USULLARI

- Reja:**
1. Tahlilning optik usullari guruhi.
 2. Optik usullari fizik mazmuni.
 3. Optik spektri oblasti.
 4. Nefelometrik va turbidimetrik usullari.
 5. Nefelometrik va turbidimetrik usullari turlari.

Optik tahlil moddaning optik spektriga qarab sifat va miqdoriy tarkibini aniqlashning fizik metodi hisoblanadi. Atom va molekulyar optik tahlil emmision (chiqarish spektrlari bo'yicha) va absorbsion (yutish spektrlari bo'yicha) tahlillarga bo'linadi. Sifat optik tahlildan olingan spektr elementlari va individual birikmalarning spektrlari jadvallari va atlaslari yordamida tahlil qilinadi. Miqdoriy tahlilda esa tekshirilayotgan modda miqdori spektrlardagi chiziqlar yoki yo'llarning nisbiy yoki absolyut intensivligiga qarab aniqlanadi. Optik spektr uch asosiy oblastga bo'linadi:

- 1) ultrabinafsha spektr (to'lqin uzunligi 100 - 380 nm);
- 2) ko'rinadigan spektr (to'lqin uzunligi 380 - 760 nm);

3) infraqizil spektr 760 - 100000 nm.

Ishlayotgan spektrning xarakteriga qarab optik tahlil quyidagilarga bo'linadi:

1. Emission optik tahlil.
2. Absorbsion optik tahlil.
3. Kombinirlangan sochilish spektrlari bo'yicha tahlil.
4. Lyuminessent spektr tahlil.

Tahlilning optik usullari guruhiga quyidagilar kiradi:

- emission optik tahlil tekshiriluvchi modda bug'larining emission spektrlarini (nur tarqatish yoki nurlanish spektrlarini) o'rganishga asoslangan fizik usul. Bu nurlar kuchli qo'zg'atuvchi manbalar (elektr yoyi, yuqori kuchlanishli uchqun) ta'sirida hosil bo'ladi. Bu usul moddaning element tarkibini ayni modda tarkibiga qanday elementlar kirganligini aniqlashga imkon beradi.

- alanga spektrofotometriyasi yoki alanga fotometriyasi emission optik tahlilning bir turi bo'lib, tekshirilayotgan modda elementlarining zaifroq qo'zg'atish manbalari ta'sirida hosil bo'luvchi emission spektrlarini tekshirishga asoslangan. Bu usul tekshiruvchi namunaga asosan ishqoriy va ishqoriy yer metallar shuningdek, kaliy, indiy, taliy, qo'rg'oshin, marganey, mis singari metallarning miqdori haqida fikr yuritishga imkon beradi.

- atom-absorbsion spektrofotometrik tahlil usuli alanga gazlarida metall erkin atomlarining shu elementga xos to'lqin uzunligidagi yorug'lik energiyasini yutilishiga asoslangan. Bu usulda emission alanga fotometriyasi usulida aniqlab bo'lmaydigan surma, vismut, selen, rux, simob kabi elementlarni aniqlash mumkin.

- absorbsion spektroskopiya moddalarning har biriga xos bo'lgan yutish spektrlarini o'rganishga asoslangan

- spektrofotometrik usul spektrning ultrabinafsha ko'rinuvchi va infraqizil sohalarida muayyan to'lqin uzunlikda yorug'lik yutishini o'lchashga asoslangan.

- fotokolorimetrik usul spektrning ko'rinuvchi sohasida nur yutilishini yoki yutilish spektrini aniqlashga asoslangan.

- tahlilning lyuminessent yoki fluoressent usuli moddalar ultrabinafsha nurlar bilan nurlantirilganda ulardan tarqaluvchi ko'rinuvchi nurlarning jadalligini aniqlashga asoslangan.

- turbidimetriya rangsiz suspenziyaning qattiq zarrachalari tomonidan yuti-luvchi nurning intensivligini o'lchashga asoslangan.

- nefelometriya suspenziyaning qattiq zarrachalari tomonidan

qaytarilgan yoki sochilgan nurning intensivligini o'lchashga asoslangan.

- refraktometriya usuli sindirish koeffitsiyentini o'lchashga asoslangan.

Nefelometrik va turbidimetrik usullari.

Tahlilning nefelometrik va turbidimetrik usullaridan sanoatda texnologik jarayonda har doim ham tiniq eritma olib bo'lmaydigan, yani eritmada zarrachalar; mayda muallaq so'zib yuruvchi holida yoki kolloid eritmalar holida uchraydigan eritmalarida moddalarni miqdorini aniqlashda fotometrik xossalari va qonunlariga asoslangan holda foydalaniladi.

Tahlilning nefelometrik usulida eritmada (mayda zarrachalar tushayotgan nurni) muallaq holatdagi tarqalgan qattiq, zarrachalar yorug'lik nurining oqimini intensivligi, yani jadalligiga asoslangan holda o'lchanadi.

Muallaq zarrachalardan tarkib topgan eritma orqali o'tgan oqimning intensivligiga asoslangan o'lchashni turbidimetrik tahlil usuli deyiladi.

Nur eritma orqali o'tayotganda, eritmada juda yirik zarrachalardan qaytadi.

Yoyilgan nurni intensivligi quyidagi formula orqali topiladi;

$$I_0 = I_r + I_t$$

bu yerda: I_r - nefelometriyada o'lchanadigan tarqalgan nurni intensivligi.

I_t - turbidimetrik tahlilda o'lchanadigan kuchsizlanib o'tayotgan nur.

Nefelometrik va turbidimetrik tahlilda quyidagi shartlarga amal qilish kerak.

1. Ushbu tahlil turlari bilan tekshirish olib borilayotganda kuchli suyuqlanadigan eritmalar bilan ishlashga to'g'ri keladi, ular hosil qilgan cho'kmalarni to'g'ri va aniq tortishi.

2. Tenglikdan ko'rinib turibdiki, yutilayotgan va tarqalayotgan nurlarni qiymati eritmada zarrachalarni o'lchamiga bog'liq. Zarrachali eritma, suspenziyani tahlil qilganda to'g'ri va aniq natijalar olish zarrachali eritma suspenziya olish metodikasiga va ularni optik xususiyatlariga bog'liq. Zarrachalarni o'lchami va optik xususiyatlarga quyidagi omillar ta'sir qiladi:

- 1) cho'kma hosil ionlarni koksentratsiyasiga;
- 2) aralashayotgan eritmalar koksentratsiyalarini nisbatiga;
- 3) eritmalar aralashtirish tartibiga;
- 4) aralashtirish qiladigan tezligiga;
- 5) maksimal loyqalik hosil qilish uchun ketadigan vaqtga;

- 6) sochilish (dispersiya) ni stabilligiga;
- 7) begona elektrolitlarni ishtirok etishiga;
- 8) noelektrolitlarni ishtirokiga;
- 9) temperaturaga;
- 10) himoyalovchi kolloidlarni borligiga.

Bundan kelib chiqadiki, ushbu omillarni o'rganish va eritmani tayyorlash shartlarni bajarilishi nefelometrik tahlilda ishni to'g'ri olib borishiga tasirini o'tkazadi.

3. Tortilgan namunalar vaqt o'tishi bilan o'zgarmasligi kerak, buning uchun kimyoviy kolloidlar qo'llaniladi.

Nefelometrik va turbidimetrik tahlil fotometrik tahlilga nisbatan aniqligi noaniqroq. Amaliyotda ushbu tahlil turlari tekshirilayotgan ionni yoki eritmani fotometrik usulda aniqlab bo'lmaganda qo'llaniladi. Masalan: barqaror sulfatlar va xloridlar rangli birikmalar bermaydi.

Turbidimetrik titrlash ancha keng qo'llaniladi. Buning uchun faqat tez o'tadigan reaksiyalar qo'llanilishi kerak. Masalan: kumush xlorid yoki bariy sulfat hosil qiluvchi reaksiyalar. Murakkab operatsiyalar orqali olib boriladigan reaksiyalar qo'llash tahlilni bo'zishiga olib keladi.

Moddalarni nefelometrik va turbidimetrik usulda aniq tahlil qilishda nefelometrlar va turbidimetrlardan foydalaniladi.

Nazorat savollari

1. Tahlilning optik usullari guruhi nimalar kiradi?
2. Optik usullari fizik mazmuni nimada?
3. Optik spektri oblasti necha turga bo'linadi?
4. Nefelometrik va turbidimetrik usullari nimani aniqlashga asoslangan?
5. Nefelometrik va turbidimetrik tahlil shartlarini ayting?

16 - MA'RUZA.OPTIK USULLARINING FIZIK MAZMUNI VA OPTIK TAHLILDA QO'LLANILADIGAN ASBOB-USKUNALAR

- Reja:** 1. Emission optik tahlil turlari.
2. Optik usulda qo'llaniladigan asbob-uskunalar
3. Spektrni qo'zg'atish manbalari.
4. Yorug'likni qabul qiluvchi moslamalar.

Emission optik tahlil usuli gazsimon holatdagi moddalarning atomlar yoki ionlari tarqatadigan nurning uzunligi intensivligi va boshqa xossalarni o'lchashga asoslangan.

Modda nur tarqatish o'nga qo'shimcha energiya berish talab etiladi. Bunda tekshiriluvchi moddaning atomlari va molekulyar qo'zg'algan holatga o'tadi, ular dastlabki holatga o'tganda ortiqcha energiyani nur tarzida chiqaradi. Qattiq jismlar yoki suyuqliklar tomonidan tarqatiluvchi nurning xususiyati odatda moddalarning kimyoviy tarkibiga deyarli bog'liq bo'lmaydi. Shuning uchun tahlilda o'ngga asoslanib xulosa chiqarib bo'lmaydi. Gazlarning nur tarqatishi esa bu butunlay boshqa yo'sinda va tekshiriluvchi namunaning tarkibiga bog'liq bo'ladi. Shu sababli emission tahlilda moddani kuzatishda, oldin uni bug' holatiga o'tkazish kerak. Namunani yorug'lik manbaiga kiritilib bug'lantiradi va qo'zg'atiladi. Yorug'lik manbalari sifatida haroratli alanga yoki turlicha xil elektr zaryadlardan elektr yoy uchqun foydalaniladi.

Emission optik tahlil quyidagi turlarga bo'linadi:

1. Vizual tahlil.

Namunadagi komponentlarning sifat va miqdoriy tarkibi ko'rinuvchi spektrida bevosita kuzatish yoki turli o'zgartirishlar yordamida ko'zga ko'rinmaydigan turlanishni ko'rinuvchi holatga o'tkazib kuzatish orqali aniqlanadi.

2. Fotografik atom emission optik tahlil.

Bunda spektr fotoplastinka yoki plyonkaga tushiriladi va so'ngra sifat tahlili qilinganda spektrproetorda ko'riladi. Miqdoriy tahlilda esa mikrofotometrlar vositasida aniqlanadi. Bunda chiziqlarning nisbiy intensivligi va namunadagi elementlarning konsentrasiyalari orasidagi bog'lanish aniqlanadi.

3. Fotoelektrik tahlil.

Modda miqdori alohida spektr chiziqlari bilan nurlantiriluvchi ikkita priyomnikning (analitik juft) fototoklarini taqqoslash orqali aniqlanadi.

Bunda natija o'lchov asbobining shkalasida darhol ko'rinadi yoki o'zi yozar moslamaning lentasida yozuv tarzida olinadi.

Optik usulda qo'llaniladigan asbob-uskunalar. Optik tahlilda quyidagi asbob-uskunalar qo'llaniladi: elektr zaryadlarini (uchqun, yoy va boshqalarni) qo'zg'atuvchi generatorlar, alangali (пламенные) atomizatorlar, elektrodarni ushlab turuvchi shtativlar, vizual (ko'z yordamida aniqlanadigan) optik asbob-uskunalar, fotografik va fotoelektrik qayd qilgichlar va spektragrammalarni o'rganish uchun asbob-uskunalar.

Yorug'lik manbai, generatorlar, optik asbob-uskunalar, spektrni qayd qilish usullari, tahlilni talabiga, ya'ni maqsadiga, tezligiga va sezuvchanligiga bog'liq. Bunda namunalarni, aniqlanayotgan elementlarni va fizika-kimyoviy xususiyatlari va namunalarni miqdori hisobga olinadi.

Bundan tashqari, asosiy optik asbob-uskunalariga namunalarni tayyorlash uchun, maxsus moslamalar, bir qancha yordamchi moslamalar va o'lchash natijalarining noavtomatik uskunalar bilan tahlil qiladigan moslamalar kerak bo'ladi.

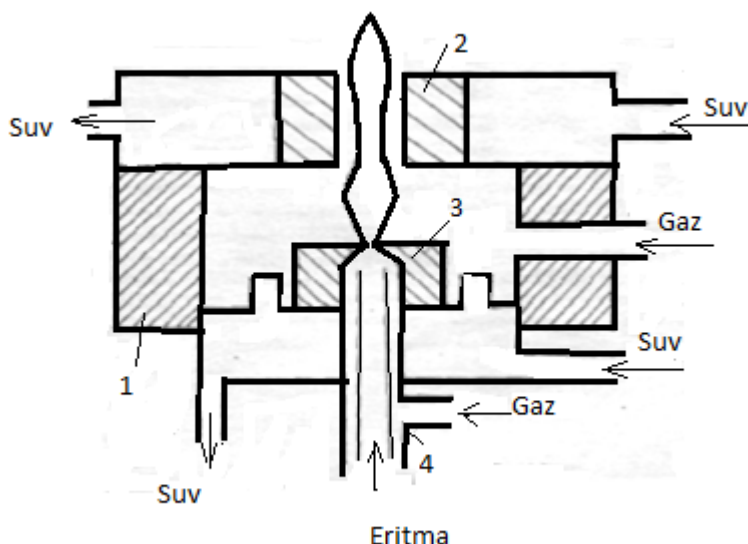
Hozirgi kunda maxsus holga keltirilgan uskunalar va asboblar keng qo'llanilib kelinmoqda. Bu uskuna va asboblar alohida analitik masalalarni aniq va qo'shma usullar bilan yechadigan uskuna elementlaridan tuzilgan. Bunday asbob-uskunalariga quyidagilar kiradi:

- stiloskoplar;
- stilometrlar;
- kvantometrlar;
- yoyli (пламенные) fotometrlar;
- atom - adsorbsion spektrofotometrlar.

Spektrni qo'zg'atish manbalari. Qo'zg'atish manbalari namunali kondensat-siyalangan fazadan bug'simon fazaga o'tkazadi. Ko'pchilik qo'zg'atish fazalarida bu ishlar birga amalga oshiriladi, ammo ba'zi hollarda ikkita: biri bug'simon faza olish uchun va ikkinchisi esa uni qo'zg'atish uchun ishlatiluvchi qurilmalardan foydalaniladi. Bunday manbalarga, yoy plazmatorini ikkita oraliqlik generatori, gazni uchqunlatuvchi kovak katodli lampalar, tutovchi razryadli naycha, despirlovchi numi (yoyuvchi) elementlar kiradi .

Bularning ichida yoyli plazmatorlar keng tarqalgan (16.1 – rasm). Yoy anodining 1- 2 mm li teshigi bo'lib, u orqali inert gaz kameraga puflab o'tkaziladi.

Inert gaz kamera devorlariga urilma holida joylashtirilgan naycha orqali bosib olishda beriladi.



16.1 rasm. Yoy plazmatronni sxemasi: 1- kamera; 2,3-grafit elektronlar; 4 - purkagich.

Kamerada yig'iluvchi girdabsimon oqimlar yoy plazmasini sovitadi va zichlaydi, so'ngra plazma gaz bilan birga anod teshigi orqali chiqib ketadi va uzunligi 10-15 mm li barqaror oqim ko'rinishda anod yuzasida nurlanadi.

Bunda plazmaning haroratini 5000-12000 °C oralig'ida o'zgartirilib turish mumkin. Plazmatrondan ko'pincha eritmalarni va ba'zan kukunlarini tahlil qilishda foydalaniladi .

Plazma - bu ionlashgan gaz, unda qutblangan zarralar plazmasini hosil qiluvchi musbat va manfiy elektr zarralarining hajmiy zichligini amalda bir xil ko'rsatadi.

Yoy razryadini o'zgaruvchan tok bilan ham ta'minlash mumkin. Ammo bunday razryad mustaqil mavjud bo'la olmaydi. Tok yo'nalishi o'zgarganida elektrodlar tezda soviydi, termoelektron emissiya to'xtaydi, yoy oralig'i ionsizlanadi va razryad uchqun so'nadi. Shu sababli o'zgaruvchan tok yoyining yonib turishini ta'minlash uchun maxsus o't oldiruvchi moslamalardan foydalaniladi yoy oralig'ini yuqori kuchlanishli, yuqori chastotali, ammo kam quvvatli impuls bilan teshib o'tiladi.

Yoyda deyarli barcha elementlarning spektrlarini olish mumkin.

Yorug'likni qabul qiluvchi moslamalar

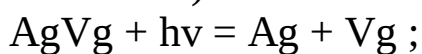
Yorug'likni qabul qiluvchi moslamalar spektrga sezgirlik - turli to'lqin uzunligidagi nurlanishni qabul qilish xossasi va integral sezgirlik xossasi bo'ladi. Integral sezgirlik spektrga ajralmagan nurlanish ta'siri orqali

o'lchanadi.

Inson ko'zi spektrning taxminan 400 dan 700 nm gacha sohasidagi nurga sezgir bo'ladi. Ko'zning sezgirligi sariq yashil rangga (550 nm) nisbatan maksimal bo'ladi va undan ikkita: qizil va binafsha spektr tomonga siljigan sari susayib boradi.

Yorug'likni qabul qiluvchi moslamalarga fotoplastinkalar, fotoelementlar kiradi.

Fotoplastinkani yorug'lik sezgir qavvati yupqa jelatina qatlamida yer tekisda taqsimlangan kumush galogenidlarining mayda kristallaridan iborat. Fotoplastinka yoritilganda uning yorug'likka sezgir qavatida yorug'lik kavatlar ta'sirida kumush galogenidining katalizi (nur ta'sirida parchalanishi) sodir bo'ladi:



Natijada plastinkadagi yashirin tasvir paydo bo'ladi.

Nazorat savollari:

1. Tahlilning optik usullari guruhiga nimalar kiradi?
2. Atom va molekulyar optik tahlil necha xil tahlillarga bo'linadi?
3. Yorug'likni qabul qiluvchi moslamalarga nimalar kiradi?

17 - MA'RUZA. HAJMIY (TITRIMETRIK) TAHLIL. HAJMIY TAHLILNING MOHIYATI

Reja:1. Hajmiy tahlil mohiyati.

2. Titr va titrlash.
3. Ekvivalent nuqta.
4. Hajmiy tahlilda qo'llaniladigan reaksiyalar.

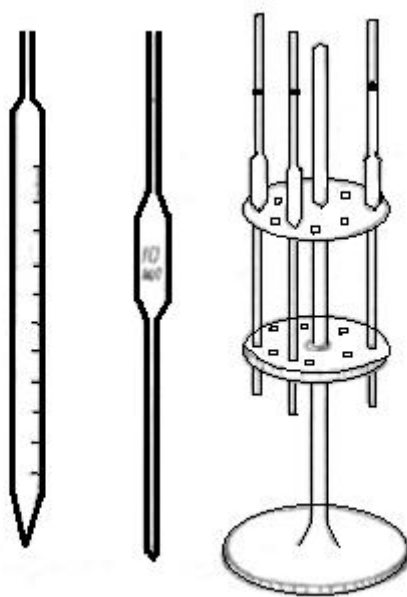
Hajmiy tahlil bajarilish tezligi jihatidan tortma tahlilga nisbatan katta afzalliklarga ega. Hajmiy tahlilda reaksiya mahsulotini tarozida tortish o'rniga, reaksiyaga sarflangan va konsentratsiyasi yoki, boshqacha aytganda, titri aniq ma'lum bo'lgan reaktiv eritmasining hajmi o'lchanadi va shuning uchun aniqlash tez bo'ladi. Ya'ni titrimetrik tahlilda ekvivalent miqdorida reaksiyaga kirishayotgan moddalarning aniq hajmi o'lchanadi va ulardan birining ma'lum konsentratsiyasi asosida ikkinchisining noma'lum konsentratsiyasi aniqlanadi. Konsentratsiyasi ma'lum bo'lgan va uning yordamida boshqa eritmadagi moddaning miqdori aniqlanadigan

eritma titrlangan yoki standart ishchi eritma deb ataladi.

Titrlar deb, odatda, 1 ml eritmadagi erigan moddaning grammlar soniga aytiladi. Masalan, H_2SO_4 ning titri 0,0049 g/ml ga teng, ya'ni bu sulfat kislota shu eritmasining har bir millilitrida 0,0049 g H_2SO_4 bo'lishini ko'rsatadi. Titrlar T harf bilan belgilanadi:

$$T_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 0,0049 \text{ g/ml}$$

Titrlar aniq ma'lum bo'lgan eritma titrlangan eritma deyiladi. Tomchilatgich uchun qurilma 17.1-rasmda keltirilgan.



17.1-rasm. Tomchilatgich uchun qurilma

Tahlil reaktivning titrlangan eritmasi byuretkada deb ataladigan o'lchov idishiga solinadi va aniq o'lchamgacha keltiriladi, shundan keyin hajmiy tahlilning eng muhim operatsiyalaridan biri titrlar aniq ishchi eritmani konsentratsiyasi aniqlanishi kerak bo'lgan modda eritmasiga asta-sekin qo'shish, ya'ni titrlashdir (titrlash operatsiya). Eritmalarni titrlash ikkala eritmadagi erigan moddalarning o'zaro ekvivalent miqdorini topishdir. Titrlashning qo'shilgan reaktiv miqdori aniqlanayotgan modda miqdoriga ekvivalent bo'lgan payt **ekvivalent nuqta** deb ataladi. Ekvivalent nuqtani aniqlash eritma rangining o'zgarishiga, titrlanayotgan eritmaning fizik-kimyoviy xossalari o'zgarishiga yoki indikatorlar qo'llanishiga asoslanadi.

Ekvivalent nuqtaga erishilgandan so'ng titrlash to'xtatiladi. Titrlar aniq ishchi eritmaning sarflangan hajmi va konsentratsiyasiga asoslanib tahlil natijasi hisoblanadi. Aytaylik, eritmadagi sulfat kislota miqdorini aniqlash kerak bo'lsin. Buning uchun konussimon kolbaga tahlil qilinadigan

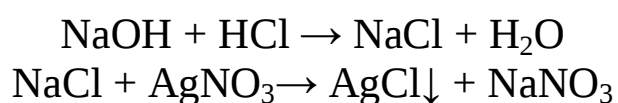
eritmadan aniq hajmi o'lchab pipetka bilan (11-rasm) va unga byuretkada orqali tomchilatib titri aniq natriy gidroksid eritmasi tomiziladi. Ekvivalent nuqtasini aniqlash uchun fenolftaleindan foydalaniladi, chunki eritma bir tomchi ortiqcha natriy gidroksid ta'siridan ham pushti rangga bo'yaladi. Kislota eritmalarida esa fenolftalein rangsiz bo'ladi.

Titrlashga sarflangan reaktiv eritmasining hajmini byuretkadan o'lchab olingan miqdor eritmaning titriga ko'paytirilsa, reaktivning grammlarda ifodalangan miqdori topiladi

Bundan reaksiyaning tenglamasi bo'yicha eritmadagi aniqlanayotgan modda miqdorini agar eritmaning hajmi ma'lum bo'lsa, uning titrini topish qiyin emas. Analitik tarozida tortish byuretkada hajm o'lchashga nisbatan aniqroq bo'lgani uchun, tortma tahlil hajmiy tahlilga nisbatan aniqroq bo'ladi. Lekin to'g'ri ishlansa bu farq shunchalik oz bo'ladiki, ko'pincha uni nazarga olmaslik ham mumkin. Shuning uchun, tahlilni tezroq bajariladigan hajmiy metod bilan olib borishga harakat qilinadi.

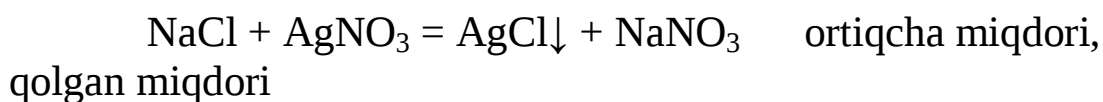
Titrlashni turli usullar yordamida amalga oshirish mumkin.

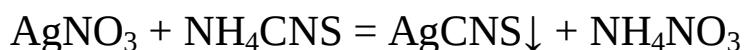
To'g'ri, teskari va almashtirib titrlash usullari ma'lum. To'g'ri titrlashda aniqlanayotgan modda eritmasiga oz-oz miqdorida titrant beriladi. Masalan,



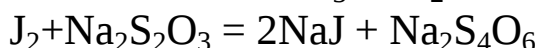
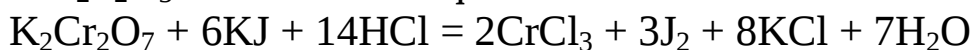
Teskari titrlashda ikkita titrantdan foydalaniladi. Tekshirilayotgan moddaga avval titrant 1 dan ortiqcha miqdorda qo'shiladi. Titrant 1 ning reaksiyaga kirishmay, ortib qolgan qismini titrant 2 bilan titrlaymiz. Titrant 1 moddasi bilan reaksiyaga kirishish uchun sarf bo'lgan miqdori uning hammasi bo'lib qo'shilgan miqdoridan titrlash uchun sarf bo'lgan miqdorining ayirmasidan topiladi. Masalan, eritmadagi NaCl miqdorini AgNO₃ eritmasi yordamida to'g'ri titrlash yo'li bilan aniqlash mumkin, natriy xloridning miqdorini shuningdek, teskari titrlash usuli bilan ham aniqlash mumkin, buning uchun ortiqcha miqdorda titrant AgNO₃ eritmasidan qo'shiladi va uning AgNO₃ reaksiyaga kirishmagan qismini titrant 2 eritmasi bilan titrlanadi. NaCl bilan reaksiyaga kirishgan kumush nitrat eritmaning miqdori V, uning umumiy qo'shilgan miqdori V₁ va V₂ NH₄CNS moddasi eritmasi bilan titrlangan miqdori orasidagi farq bilan aniqlanadi:

$$V = V_1 - V_2;$$

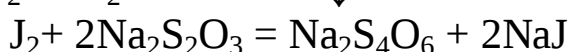
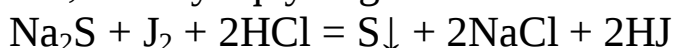




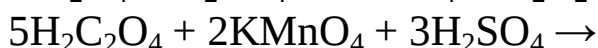
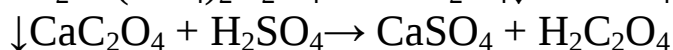
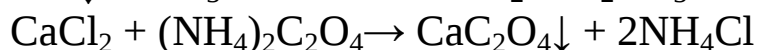
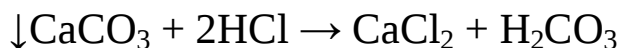
qachonki, moddani to'g'ri yoki teskari titrlash usullari mumkin emas bo'lsa, almashtirib titrlash usulidan foydalaniladi. Bunda tekshirilayotgan moddaga shunday bir modda qo'shiladiki, u ta'sirlanishi natijasida ma'lum ekvivalent miqdorda mahsulot hosil bo'ladi, mos keladigan titrant yordamida titrlanadi. Masalan, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, KJ va HCl qo'shib aniqlanadi. Oksidlanish - qaytarilish reaksiyasi natijasida hosil bo'lgan U_2 ning miqdorini $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ bilan titrlab aniqlanadi:



Teskari titrlash sekin boradigan oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarida ishlatiladi. Bunda titrlanayotgan aralashmaga titrant (1) dan ortiqcha miqdorda qo'shiladi va ma'lum muddat tindiriladi (reaksiya oxirigacha borishi uchun). Keyin titrantning ortiqcha miqdori boshqa titrant 2 yordamida titrlanadi. Bu usul masalan, olganda, sulfidlarni aniqlash uchun ishlatiladi. Natriy sulfid eritmasiga titrant 1- J_2 eritmasidan ortiqcha miqdorda qo'shiladi, uning shu ortiqcha miqdorini titrant 2- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ eritmasi bilan titrlanadi, reaksiya quyidagicha boradi:



Almashib titrlash usuli, aniqlanayotgan moddaning biror boshqa modda bilan reaksiyaga kirishishi natijasida hosil bo'lgan mahsulotga ekvivalent miqdorida ajralib chiqadigan o'rinbosar moddani aniqlashda ishlatiladi. Bu usul yordamida oksidlanish-qaytarilish reaksiyalariga kirishmaydigan moddalar titrlanadi. Masalan, CaCO_3 ni HCl da eritib, tahlil qilish mumkin. Eritma neytrallashtirilgandan keyin ammoniy oksalat $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ yordamida CaC_2O_4 holida cho'kmaga tushiriladi. Cho'kmaga H_2SO_4 yordamida ishlov beriladi va hosil bo'lgan oksalat kislota (o'rinbosar modda) KMnO_4 eritmasi bilan titrlanadi, reaksiyalar quyidagicha sodir bo'ladi:



Titrlashga asos bo'ladigan har qanday reaksiya bir qator talablarga javob berishi kerak.

Nazorat savollari

1. Hajmiy tahlil mohiyati nimadan iborat?
2. Titr va titrlashning farqini ayting?
3. Ekvivalent nuqta qanaqa qilib aniqlanadi?
4. Teskari titrlashda qaysi reaksiyalarda ishlatiladi?

18 - MA'RUZA. HAJMIY TAHLILDA QO'LLANILADIGAN REAKSIYALARGA QO'YILADIGAN TALABLAR VA TAHLILNING KLASSIFIKATSIYASI

Reja:1. Hajmiy tahlilda qo'llaniladigan reaksiyalar.

1. Hajmiy tahlil usullarining klassifikatsiyasi.
2. Atsidimetriya va alkalimetriya.
3. Neytrallash usulida ekvivalent nuqtasini aniqlash.

Hajmiy tahlilning tortma tahlildan eng muhim farqi shundaki, titrlashda reaktiv ortiqcha miqdorda emas, balki reaksiya tenglamasiga aniq muvofiq keladigan aniqlanayotgan moddaga kimyoviy jihatdan ekvivalent bo'lgan miqdorda olingan. Tahlil natijalarini hisoblash ham ekvivalentlikka asoslangandir.

Titrlashda ekvivalent bo'lish paytini aniq bilib olish, yoki boshqacha aytganda, ekvivalent nuqtani belgilab olish, tahlilning hajmiy metodini qo'llashda zarur shartlaridan biri.

Hajmiy tahlilda reaksiyadan foydalanishning muhim shartlaridan muhim shartlaridan ikkinchi reaksiyaning miqdor jihatdan ketishi bo'lib, u reaksiya muvozanat konstantasining tegishli qiymati bilan xarakterlanadi. Bu konstanta ancha katta bo'lishi yoki, boshqacha aytganda, teskari reaksiyaning muvozanat konstantasi kichik bo'lishi kerak. Aks holda aniq titrlash mumkin bo'lmay qoladi.

Titrlashda yetarli darajada tez boradigan reaksiyalarnigina qo'llash mumkin. Sekin boradigan reaksiyalarda ekvivalent nuqtani belgilash juda qiyin, yoki butunlay mumkin emas, bunda eritmani titrlashda albatta o'tkazib yuboriladi.

Bundan tashqari qo'shilayotgan reaktivning titrlangan eritmasi faqat aniqlanayotgan modda bilan reaksiyaga kirishishga sarf bo'lishi lozim. Yoki titrlashda tahlil natijalarini aniq hisoblashga halal beradigan qo'shimcha reaksiyalar sodir bo'lmasligi kerak. Yana, eritmada tegishli reaksiyaning borishiga yoki uning ekvivalent nuqtasini belgilashga to'sqinlik qiladigan boshqa moddalar bo'lmasligi lozim.

Hajmiy tahlil usullarining klassifikatsiyasi.

Hajmiy (titrometrik) tahlilda turli xil kimyoviy reaksiyalar qo'llaniladi. Reaksiya tipiga qarab hajmiy tahlil metodlari ham bir necha turga bo'linadi:

- 1) ionlarning o'zaro ta'siriga asoslangan metodlar;
- 2) oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarga asoslangan metodlar;
- 3) kompleks hosil bo'lishiga asoslangan metod.

Birinchi gruppaga neytrallash va cho'ktirish, ikkinchi gruppaga turli oksidlanish-qaytarilish, uchinchi gruppaga elektrolitlar eritmasidagi kompleks hosil bo'lish reaksiyalari kiradi.

Neytrallash usul neytrallash reaksiyalariga asoslangan. Ularni umumiy ko'rinishda quyidagicha ifodalash mumkin:



Bu usul eritmalaridagi kislota va ishqorlar konsentratsiyalarini aniqlashda ko'p qo'llaniladi. Shuningdek, eritmada gidrolizlanuvchi tuzlar konsentratsiyasini aniqlashda ham neytrallash usulidan foydalanish mumkin.

Eritmadagi ishqorlar yoki suvdagi eritmalarida gidrolizlanishi natijasida ishqoriy muhit hosil qiluvchi tuzlar konsentratsiyasini aniqlashda standart ishchi eritmalar sifatida kislota eritmasi ishlatiladi. Bu turdagi aniqlashlar *atsidimetriya* (lotincha "akidum" kislota) deb ataladi.

Kislotalarning konsentratsiyasini yoki gidrolizlanish tufayli kislota muhit hosil qiluvchi tuzlar konsentratsiyasini aniqlashda standart ishchi eritmalar sifatida ishqorlar eritmasi ishlatiladi. Bunday tahlillar *alkalimetriya* (alkali-ishqor) deb ataladi.

Neytrallash usulida ekvivalent nuqtasini aniqlash uchun indikator rangining o'zgarishidan foydalaniladi. Indikatorlardan fenofalein, lakmus, metiloranj metil qizil ko'p qo'llaniladi.

Cho'ktirish metodida aniqlanadigan ion standart ishchi eritma bilan ta'sirlashib, qiyin eruvchan birikma hosil qilib cho'kmaga tushadi. Cho'kma hosil bo'lish jarayonida muhit o'zgaradi, bundan foydalanib, ekvivalent nuqtani aniqlash mumkin bo'ladi. Masalan, titrimetrik tahlilda Cl^- ionlarini aniqlashda tekshirilayotgan eritma AgNO_3 eritmasi bilan titralanadi. Indikator sifatida K_2CrO_4 to'zi eritmasi qo'shiladi. Tekshirilayotgan eritmada Cl^- ionlari AgCl holida cho'kmaga to'liq o'tganda keyin qo'shilgan AgNO_3 qizil g'isht rangli Ag_2CrO_4 cho'kmasini hosil qiladi. Ag_2CrO_4 cho'kmasi hosil bo'la boshlashi sezilgan zahoti titrlashni to'xtatish kerak.

Titrimetrik cho'ktirish metodlari ham turlicha nomlanadi. Bunda qanday standart ishchi eritmadan ishlatilganligiga asos qilib olinadi. Masalan, ana shu maqsadda AgNO_3 eritmasidan foydalanilsa, aritmetrik yoki ishchi eritma sifatida NH_4CNS eritmasidan foydalanilsa, rodanometriya metodi deb ataladi.

Kompleks hosil bo'lishiga asoslangan titrimetrik usul kam ionlanuvchi kompleks birikmalarning hosil bo'lishiga asoslangan. Titrimetrik usul yordamida turli kationlarni: Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{+2} , Hg^{+2} , Al^{+3} , Cu^{+2} , Co^{+2} , Ni^{+2} , Mn^{+2} , Fe^{+2} va anionlarni: CN^- , J^- , Cl^- , F^- aniqlash mumkin, bunda ushbu ionlarning kompleks birikmalar hosil qilish xususiyatlaridan foydalaniladi. Keyingi vaqtlarda ionlarning organik molekulalar (kompleksionlar) bilan ta'sirlashuviga asoslangan titrimetrik (kompleksionometrik) tahlil metodlari keng qo'llanilmoqda.

Oksidlanish-qaytarilish usullari tekshirilayotgan eritmadagi ionlar bilan standart ishchi eritma tarkibidagi ionlar orasida sodir bo'ladigan oksidlanish-qaytarilish reaksiyalariga asoslanadi.

Eritma tarkibidagi aniqlanayotgan ionning xususiyatiga qarab, miqdoriy aniqlashlarda standart ishchi eritma sifatida (qaytaruvchi ionlar Fe^{+2} , CrO_4^{-2} , NO_2^- va boshqalar, yoki oksidlovchi ionlar $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$, MnO_4^- , ClO_3^- va boshqalar) mavjud bo'lgan tuzlar eritmasidan foydalaniladi. Ayrim oksidlanish-qaytarilish usullarini nomlashda tahlilda qanday standart ishchi eritma ishlatilganligiga asoslaniladi.

Titrlangan eritmalarni tayyorlash uchun moddalar ushbu talablarga javob berishi kerak:

1. Modda kimyoviy toza bo'lishi kerak, ya'ni tarkibidagi begona qo'shimchalar analiz aniqligiga ta'sir etmaydigan (0,05-0,10% gacha) bo'lishi lozim.

2. Moddaning tarkibi uning formulasiga to'la mos kelishi zarur. Masalan, kristalogidratlarning formulasida qancha suv ko'rsatilgan bo'lsa, ularning tarkibida ham shuncha suv bo'lishi kerak.

3. Modda quruq holda saqlanganda ham eritma holda saqlanganda ham barqaror bo'lishi lozim.

4. Moddaning gramm ekvivalent qiymati mumkin qadar katta bo'lishi yaxshiroq, chunki bu eritmaning normalligini aniq topishga imkon beradi.

Ko'rsatilgan talablarga javob beradigan moddalar boshlang'ich moddalar deb ataladi. Chunki ulardan foydalanib, qolgan boshqa moddalarning titri aniqlanadi. Masalan, NaOH eritmasining normalligini aniqlashda standart (boshlang'ich) ish eritmasi sifatida oksalat kislota eritmasidan, xlorid kislota eritmasining normalligini topishda

natriytetrabarat $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ tuzining standart ish eritmasidan foydalaniladi.

Ish eritmalarining konsentratsiyasini aniqlashda standart moddalardan boshqa moddalarni ham qo'llash mumkin. Masalan, sulfat kislota eritmasining titrini aniqlashda titri biror muvofiq standart modda yordamida belgilangan natriy yoki kaliy gidroksid eritmasidan foydalanish mumkin. So'ngra titri aniqlab olingan sulfat kislotani ishqor xossasiga ega boshqa tuz eritmasining konsentratsiyasini aniqlashda qo'llash mumkin bo'ladi. Tabiiy birikmlar yoki sanoat mahsulotlarini analiz qilishda titrini aniqlash uchun boshlang'ich moddalar o'rniga, ko'pincha, standart na'mu-nalar ishlatiladi.

Hajmiy analiz uchun titrlangan eritmalarini tayyorlash va ularning titrini aniqlashda amal qilinishi zarur bo'lgan qoidalar. Standart eritmaning titrini aniqlashda quyidagi qoidalarga amal qilish zarur:

1. Standart eritma tayyorlashda ishlatiladigan dastlabki modda iloji boricha kimyoviy jihatdan toza bo'lishi kerak.

2. Dastlabki modda titrlanadigan moddalar oson va tez reaksiyaga kirishishi lozim.

3. Dastlabki modda eritmasi uzoq vaqtgacha o'zgarmasdan saqlanib turishi kerak.

4. Dastlabki modda bilan tekshirilayotgan modda orasida sodir bo'ladigan reaksiyalar iloji boricha to'g'ri titrlash yo'li bilan olib borilishi zarur.

5. Titrlash jaroyonini iloji boricha tez va aniq tugatish kerak. Titrlashning oxiri (ekivalentlik nuqtasi) oson va aniq topiladigan bo'lishi lozim.

6. Dastlabki moddaning titrini aniqlash uchun alohida-alohida na'munalar tortib olib, ularni ma'lum bir hajmdagi erituvchida eritish va titrini aniqlash maqsadga muvofiqdir. Bunda tortma iloji boricha ko'proq (bir necha yuz mg) olingani maqul.

7. Titrlashda xatoliklarni kamaytirish uchun tekshirilayotgan moddani titrlashga sarflanayotgan standart eritma miqdori, taxminan 20 ml atrofida bo'lgani yaxshi. Buning uchun sig'imi 25 ml bo'lgan buyuretkadan foydalanish lozim.

8. Bir yoki ikkita parallel o'tkazilgan tajribalar bilan cheklanib qolmaslik kerak. Modda titrini aniqlashda tajribalarni kamida 3 ta bir xil natija olguncha takrorlash kerak.

9. Tayyorlangan titrlangan eritmalarni saqlashda ularning ifloslanishi, havodan nam yutishi hamda bug‘lanishning oldini olish lozim. Ularning titr qiymati vaqt o‘tishi bilan o‘zgarmasligi kerak.

10. O‘lchov ishlari diqqat e‘tibor va yuqori aniqlik bilan olib borilishi kerak.

Titrametrik analizdagi ishlar juda extiyotlik bilan bajarilsada, xatoga yo‘l qo‘yiladi. Har qanday titrametrik aniqlash jarayonida quyidagi xatolarga yo‘l qo‘yilishi mumkin:

1. Standart ish eritmasining titridagi xato.
2. Tekshirilayotgan eritmani titrlashdagi xato.

Birinchi xatoning qiymati standart modda na‘munasini to‘g‘ri tortish va eritmaning hajmini to‘g‘ri o‘lchashga bog‘liq. Ikkinchi xato titrlash jarayonning aniqligiga, ya‘ni indicator yordamida ekvivalentlik nuqtasini to‘g‘ri aniqlay bilishga bog‘liq. Masalan, tekshirilayotgan eritmaga qo‘shilayotgan standart ish eritmasi tomchisining hajmi katta bo‘lsa, standart ish eritmasidan bir tomchi ortiqcha qo‘shilganda ham xato qiymat anchagina sezilarli bo‘ladi.

Titrametrik analiz bajarilayotganda xato minimal bo‘lishiga harakat qilish, olingan natijaning aniqligi 0,1% bo‘lishiga erishish zarur. Buning uchun analiz jarayonini tashkil etuvchi har bir ishni ana shunday aniqlik bilan bajarish kerak.

Hajmiy analizda yo‘l qo‘yiladigan xatolar sistematik va tasodifiy xatolarga bo‘linadi. Sistematik xatolar uncha katta emas. Sistematik xatolar titrlash jarayonida quyidagi sababga ko‘ra vujudga keladi. Masalan, tekshirilayotgan eritmani titrlash paytida ekvivalentlik nuqtasiga erishish uchun 0,01 ml standart ish eritmasi zarur bo‘lsin, ammo buyuretkadan eritmaga qo‘shilayotgan tomchining hajmini 0,06 ml. shuning uchun oxirgi tomchi qo‘shilganda ortiqcha konsentratsiya hosil bo‘ladi va uning hajmi $0,06 - 0,01 = 0,05$ ml ni tashkil etadi. Titrlash jarayonida sarflangan ish eritmasining umumiy hajmi 25,00 ml bo‘lsa, yo‘l qo‘yiladigan xatolik 0,2 % ni tashkil etadi. Demak, titrlash jarayondagi xatolikni kamaytirish maqsadida imkoni boricha buyuretkalardan tushayotgan tomchi hajmi kichik bo‘lsin.

Analiz natijasiga tasodifiy xatolar ham ta‘sir etishi mumkin. Unday xatolarni kamaytirish maqsadida analiz bir necha marta takrorlanib, olingan natijalarning o‘rtacha qiymati topiladi. Ammo o‘rtacha qiymatni topishda foydalanilgan natijalar orasidagi farq 0,3 % dan oshmasligi kerak.

Titrlashda imkoni boricha bir-biriga yaqin natijalar olishga erishish zarur.

Titrometrik tahlil miqdoriy tahlilning asosiy turlaridan bo'lib, titrlashga asoslangan. Titrlash eritma konsentratsiyasini unga konsentratsiyasi aniq bo'lgan ikkinchi eritmani qo'shib aniqlashdir.

Titrometrik tahlil aniqlanadigan modda bilan sarf bo'ladigan reaktiv hajmini aniq o'lchashga asoslangan. Yaqin vaqtlarga qadar bu usulni odatda hajmiy tahlil deb nomlanar edi, chunki reaktiv miqdorni o'lchashni amalda keng tarqalgan usullaridan biri reaksiyaga sarflangan eritma hajmini o'lchashdan iborat. Ammo so'ngi vaqtlarda titrometrik tahlil nomi kun sayin rivojlanib bormoqda, chunki eritma hajmini o'lchash bilan birga boshqa (tortish, elektrokimyoviy o'zgarishi va x.k.) usullar keng miqyosda qo'llanilmoqda.

Titrometrik tahlildagi qo'llanilayotgan reaksiyalar qaytar reaksiyalardir. Titrlashning boshida aniqlanayotgan moddada qo'shimcha bo'ladi, ekvivalentlik nuqtasiga etgandan keyin esa reagent ortib boradi.

Standart eritmalar quyidagi talablarga javob berishi kerak:

- 1) tarkibi ma'lum bir ximiyaviy formulaga ega bo'lishi kerak.
- 2) aralashmalar miqdori GOST belgilangan miqdordan oshmasligi kerak. Ushbu moddalar uchun XT (ximiyaviy toza) kvalifikatsiyasi berilgan bo'lishi kerak.
- 3) quritilganda ushbu modda xona temperaturasida turg'un bo'lishi, o'zgarmasligi, suvni shimmasligi kerak.
- 4) birinchi standart bilan titranat orasidagi reaksiya tez va stexnometrik bo'lishi kerak.

Titrometrik tahlilda barcha kimyoviy reaksiyalar ham qo'llanilavermaydi.

Titrometrik tahlilda qo'llaniladigan kimyoviy reaksiyalar quyidagi talablarga javob berishi kerak:

1. Kimyoviy reaksiya miqdoriy jihatdan yo'nalishi, yani reaksiya muvozanat konstantasi etarlicha katta bo'lsin;
2. Kimyoviy reaksiya katta tezlik bilan yo'nalsin;
3. Reaksiya tasirlanishida oraliq qo'shimcha maxsulot hosil bo'lmasin;
4. Reaksiya oxirini bilish imkoniyati bo'lsin.

Agar yuqorida ko'rsatilgan shartlardan birortasi qoniqtirilmasa, unda titrometrik usulni tahlilda qo'llash mumkin emas.

Titrometrik tahlilda turli turdagi reaksiyalar qo'llaniladi. Bularga kislotali asosli birikish, kompleks hosil bo'lish va hokazo reaksiyalar kiradi. Bu turdagi reaksiyalar titrometrik tahlil shartlarini tasirlantirish kerak. Ayrim titrometrik usullar asosiy reaksiya turi bo'yicha yoki titrant nomi bilan aytiladi. Masalan, argentometrik usulda AgNO_3 titrant,

permanganatometriyada KMnO_4 eritmasi va hokazo. Titrlash usuli ekvivalent nuqta topishga qarab rangli indikatorlar qo'llashga asoslangan potensimetrik, konduktometrik, fotometrik va hokazo usullarga ajratiladi.

Titrometrik tahlil qo'llanilayotgan reaksiya turiga qarab to'rtta gruppaga (klassifikasiya) bo'linadi.

1. Kislotali asosli titrlash usuli.
2. Oksidlovchi - qaytaruvchi usul.
3. Cho'ktirish usuli.
4. Kompleks hosil qilish usuli .

Nazorat savollari

1. Tahlillarning mohiyati nimalardan iborat?
2. Filtrlash va yuvish deganda nimani tushunasiz?
3. Hajmiy tahlil usuli va mohiyati nimadan iborat?
4. Hajmiy tahlil usullarining klassifikatsiyasi ayting?
5. Titrametrik analizdagi qanday xatoliklarga yo'l qo'yiladi?

19 - MARUZA. XROMATOGRAFIK TAHLIL XROMATOGRAFIYA USULINING UMUMIY XUSUSIYATLARI

Reja: 1. Xromatografiya usulining umumiy xususiyatlari.

2. Moddalarni xromatografik ajratish usullari.
3. Gaz xromatografiyasi.
4. Xromatometriya.

Xromatografiya ko'p komponentli aralashmalarni tarkibiy qismlarga ajratish va moddalarning fizik kimyoviy xossalarini o'rganish usuli tarzida juda keng qo'llaniladi. Bu usul murakkab tarkibli suyuq va gazsimon aralashmalarni tahlil qilishning samarali usulidir. Bu usulda qattiq moddalar suyuq yoki gazsimon holatga o'tkazilgandan keyin tahlil qilinadi. Xromatografiya usuli faqat kimyoda va biologiyadagina emas, balki fan texnikaning boshqa ko'pchilik sohalarida ham muvaffaqiyat bilan qo'llanilmoqda. Gaz xromatograflari Venera (Zuhra) atmosferasiga tushirilgan asboblarda yaxshi ishladi. Tahlilning xromatografiya usuli ajratish va tekshirish usuli bo'libgina qolmay, u shuningdek ilmiy tadqiqot usuli hamdir.

Xromatografiyaga rus botanika olimi M.S.Svetning tadqiqotlari va uning 1903 yilda bosib chiqarilgan "Adsorbsion hodisalarning yangi

kategoriyasi va ularning biokimyoviy tahlilda qo'llanilishi" nomli maqolasi asos soldi.

Moddalarni xromatografik ajratish usullari sorbsiya jarayonlariga asoslangan, bu yerda sorbsiya deganda gaz, bug' yoki erigan moddalarning qattiq yoki suyuq yutuvchilarga (sorbentlar) yutilishi tushuniladi. Teskari jarayon desorbsiya deyiladi. Desorbsiya tushunchasi umumiy bo'lib, u adsorbsiya (fazaning sirtiga yutilishi) va absorbsiya (fazaning hajmiga yutilishi) dan iborat.

Sorbsiyani ikki yo'l bilan statik va dinamik sharoitda amalga oshirish mumkin. Statik sorbsiya ikkala fazaning nisbiy xarakatsiz holatida ro'y beruvchi sorbsion jarayon bo'lib moddaning fazalar orasida taqsimlanish muvozanati qaror topishi bilan yakunlanadi. Dinamik sorbsiya harakatchan faza harakatsiz fazaga nisbatan bir yo'nalishda siljiydigan desorbsion jarayondir. Moddalar aralashmasini xromatografik ajratish usuli dinamik sorbsiya jarayoniga asoslangan. Xromatografik usullarni klassifikatsiyalashni turli yo'llari bor:

1. Qo'zg'almas va harakatchan fazalarni fizik tabiatga qarab suyuqlik xromatografiyasi (xarakatchan faza suyuq bo'lganida) va gaz xromatografiyasi (xarakatchan faza gaz bo'lganida), suyuqlik xromatografiyasini o'z navbatida qo'zg'almas fazani agregat holatiga qarab qattik- suyuq fazali xromatografiga

(KSX), (qo'zg'almas fazada qattiq modda) va suyuq fazali xromatografiga (SSX) (qo'zg'almas fazasi suyuqlik) ajratish mumkin. "Suyuqlik-suyuqlik" xromatografiyasi (SSX) ko'pincha taqsimlovchi xromatografiya deb yuritiladi.

Gaz xromatografiyasi qo'zg'almas fazaning agregat holatiga qarab "gaz adsorbsion" (GAX) va "gaz-suyuqlik" xromatografiyasiga (GSX) yoki gaz taqsimlovchi xromatografiyaga bo'linadi.

2. Sorbsiya mexanizmiga qarab xromatografiya molekulyar va hamosorbsion xromatografiyaga bo'linadi. Molekulyar xromatografiyada qo'zg'almas faza (sorbent) bilan ajratilayotgan aralashmaning tarkibiy qismlari orasidaga o'zaro ta'sir kuchlari tabiati bo'yicha molekulalararo Van Der Valls kuchlaridir. Xemasorbsion xromatografiyaga ion almashish cho'ktirish, kompleks hosil qilish (yoki ligand almashish) oksidlanish-qaytarilish xromatografiyasi kiradi. Xemasorbsion xromatografiya tegishli kimyoviy reaksiyalar sorbsiyaga sabab bo'ladi.

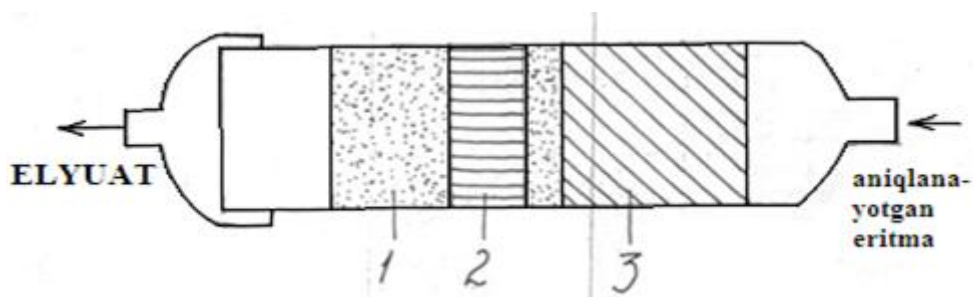
3.Xromatografiyalash usullari bo'yicha frantal' ochiltirish (elyuat) va siqib chiqarish xromatografiyalariga bo'linadi. Tahlilda ko'pincha

ochiltirish usuli qo'llaniladi.

4. Bajarish texnikasi bo'yicha kalonkali (payli) xromatografiya (qo'zg'almas faza payda joylashtirilgan) va yuza qog'oz xromatografiyasi hamda yupqa qatlamli xromatografillarga (qo'zg'almas faza sorbent qog'oz varag'iga yoki shisha va metall plastinkaga yupqa qatlam qilib joylashtirilgan) ajratiladi.

Xromatografik tahlilning mohiyati quyidagilardan iborat. Kolonkaga (sorbentning yupqa qatlamiga, yoki qog'oz lentaga) ajratiladigan aralashmadan ozgina (qo'zg'almas faza) sig'imdan juda kichik hajmda solinadi. Aralashmaning tarkibiy qismlari sorbentning yuqori qatlamlarida (tekis yuzadaga xromatografiyada esa namuna solingan joyda.) yutila boshlaydi. Bunda yaxshi yutilmaydigan komponent kalapka bo'ylab keyingi qatlamlarga (qog'ozda dog'ning chekkalari tomon) yaxshi yutiladiganlariga nisbatan kattaroq tezlik bilan o'tadi. Dastlabki xromatogramma hosil bo'ladi, unda aralashma tarkibiy qismlarga hali to'liq aralashmagan bo'ladi. Aralashmani tarkibiy qismlariga to'liq ajratish uchun dastlabki xromatogrammani ochiltirish (aralashma tarkibiy qismlarini erituvchida eritish) kerak. Buning xromatografik kolonka biror erituvchi bilan yuviladi. Xromatogramma ochiltirilganda aralash zonalar alohida zonalarga ajraladi, ularning har birida alohida modda bo'ladi, keyin bu zonalar kolonka bo'ylab aralashib ketadi (19.1 -rasm). Bunda qo'zg'almas va harakatchan fazalar orasida taqsimlatish koeffitsiyenti katta bo'lgan moddalar kolonka bo'ylab tezroq harakatlanadi va kolonka harakatchan faza bilan yetarli darajada yuvilganda kolonkadan birinchi bo'lib chiqadi. Kolonkadan chiqayotgan elyuat filtrat tarkibida aralashmaning alohida komponentlari bo'ladi, ularni biror idishga yig'ish va mos keluvchi usullar bilan tekshirish mumkin. Xromatografik kolonkaning uzunligi ajratish sharoitlarini tanlashda muhim ahamiyatga ega, chunki u kolonkaning samaradorligi va tanlovchanligiga, tahlilning davom etish muddatiga ta'sir ko'rsatadi. Kolonkaning uzunligi ikki marta oshirilganda tahlil vaqti ham ikki marta ortadi, ajratish mezonini esa kolonka uzunligining kvadrat ildizdan chiqarilgan qiymatiga mutanosib ravishda ortadi. Xromatografik qurilmalarda ishlatiladigan kolonkalarining uzunligi 15-150 sm gacha (10 m gacha yetadiganlari ham bor), diametri 2 dan 12-15 mm gacha bo'ladi.

Diametrni kamaytirishga tushirish qiyinlashishi, detektor sezgirligining pasayishi halaqit beradi, ortirishga esa harakatchan faza siljish tezligining kamayishi halaqit beradi, ortirishga esa harakatchan faza siljish tezligining kamayishi halaqit beradi.



19.1-rasm. Xromatografik kolonka: 1-absorbent (yutuvchi modda), 2 harakatchan (tekshirilayotgan) faza.

Kalta kolonkalar odatda to'g'ri yoki U shimon shaklda tayyorlanadi. Ularning uzunligi 3-4 m dan ortik bo'lganda spiralsimon qilib tayyorlash tavsiya etiladi. Kolonkalar yupqa devorli shisha naylardan yoki zanglamaydigan po'latdai yasaladi. Shisha naylar ishlatish kolonkalarining sorbent bilan to'ldirishini ko'z bilan ko'rib nazorat qilish imkonini beradi. Kolonkalar adsorbent bilan bir tekisda va bir xil zichlikda to'ldirish muhim ahamiyatga ega. Shuning uchun adsorbent donachalari sferik shaklga hamda bir xil diametrga (10-20 mkm) ega bo'lishi kerak. Bunday donalar kolonkaning barcha hajmi bo'ylab bir tekis va zichroq joylashadi. Adsorbent kolonkada zich joylashganda harakatchan faza va namuna ko'ndalang yunalishda yaxshi siljiydi, shuningdek, suyuqlik oqimining tezligi o'zgarmay bir xilda saqlanib turadi.

Kolonkaga kiritiluvchi namunaning hajmi adsorbentning joylashish zichligiga va donachalarining o'lchamiga ham bog'liq. Donachalar o'lchamining kichrayishi va joylashtirish zichligi ortishi bilan namuna hajmi ortadi va odatda 1 dan 10 sm/s ni tashkil qiladi. Namuna kolonkaga dozator yordamida kiritiladi. Dozator namunani aniq miqdorda o'lchab olib, xromatografik kolonkaga kiritish uchun ishlatiladigan asbob

Dozatorga quyiladigan asosiy talablardan biri kiritiladigan namunalar o'lchamini va ularni kolonkaga kiritish sharoitlarini bir xilda saqlashdan iborat. Bundan tashqari, kolonkaga namuna kiritish kolonkaning xromatografik qurilma boshqa qismlarning ishlash sharoitini keskin o'zgartirmasligi, dozatorning ichki yuzasi esa namunaga nisbatan adsorbsion va katalitik faol bo'lmasligiga kerak.

Gazsimon va suyuq namunalar xromatografik kolonkaga, odatda, maxsus shprislar vositasida, kiritish joyida kauchuk membranani (pardani) teshish yo'li bilan kiritiladi. Bunda gazsimon namunalar uchun gaz shprisleri va suyuq namunalar uchun mikroshprislar ishlatiladi. Mikroshprislar xromatografga mikrolitrning ulushlaridan

tortib, to o'nlab mikrolitrlar hajmida namuna kiritishga imkon beradi. Bazan laboratoriya amaliyotida dozator sifatida meditsina shprislaridan foydalaniladi.

Qattiq holatdagi namunalar xromatografiyaga ularni oldindan suyuqlikda eritish yo'li bilan kiritiladi yoki dozatorning o'zida bevosita qizdirib bug'latilgandan keyin kiritiladi.

Xromatografik kolonkaga to'ldiriladigan adsorbentga bir qator talablar qo'yiladi: ular zaruriy tanlovchanlikka, yetarli darajada mexanik pishqlikka ega bo'lishi, tekshiriluvchi aralashma komponentlariga nisbatan kimyoviy inert va oson topiladigan bo'lishi kerak.

Adsorbentlarni tanlashda fazalarning agregat holatiga, xromatografiyalash usuliga va boshqa omillarga yetibor beriladi.

Xromatometriya. Bu metod aniqlanayotgan ionni yoki elementni $K_2Cr_2O_7$ ning standart ishchi eritmasi bilan oksidlanishiga asoslangan.

Nazorat savollari:

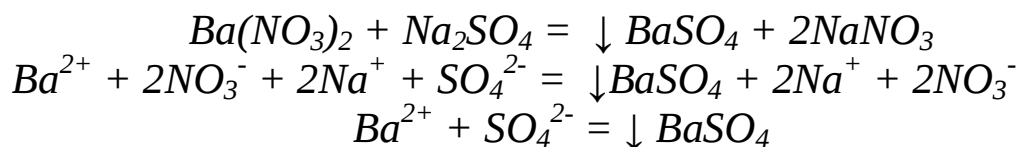
1. Moddalarni xromatografiyalashning mohiyati?
2. Xromatografik usullarni klassifikatsiyalarini ayting?
3. Xromatografik tahlilning mohiyati nimadan iborat?
4. Xromatografik kolonkada namuna nima yordamida kiritiladi?

20 MA'RUZA. CHO'KTIRISH – KIMYOVIY ANALIZ USULI

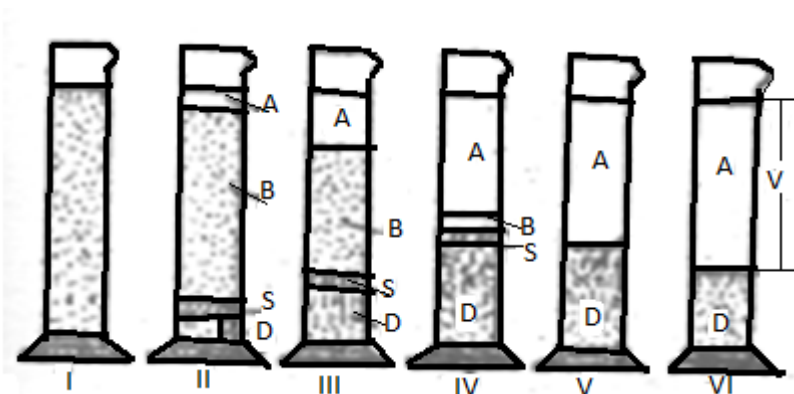
Reja:

1. Cho'ktirish usulidan kimyoviy analiz.
2. Eruvchanlik ko'paytmasi
3. Cho'kmalarning hosil bo'lishi va ularga ta'sir qiluvchi omillar.

Eritmalarda boradigan ko'pgina analitik reaksiyalar cho'kma hosil bo'lishi bilan tugallanadi. Moddaning cho'kma ko'rinishida ajralib chiqishi kimyoviy analizning asosiy usullaridan biridir. Odatda cho'kma ion almashinish reaksiyasi natijasida hosil bo'ladi. Eritmadan qattiq faza, cho'kma ajralishi cho'ktirish deyiladi. Masalan; sulfat ionini bariy sulfat ko'rinishida cho'ktirish:



Moddaning xossasi va cho'ktirish sharoiti (harorat, konsentrasiya, pH muhit va boshqalar) ga qarab cho'kmalar har xil ko'rinishda bo'ladi: pag'a-pag'a $Al(OH)_3$, iviq (H_2SiO_3), donador ($PbSO_4$), kristall ($BaSO_4$), suzmasimon ($AgCl$) va boshqalar.



20.1- rasm. Cho'kish tezligini aniqlash.

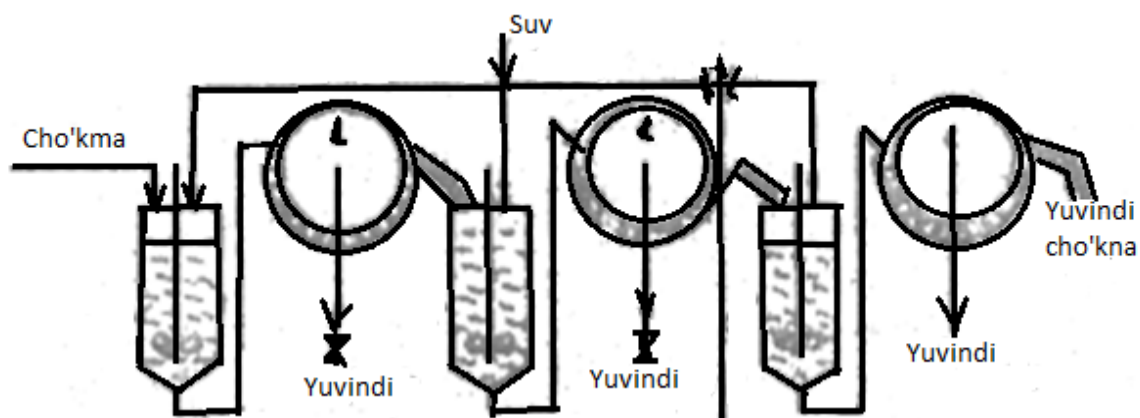
Kristall tuzilishli cho'kmalar ma'lum kristall shaklida bo'lib, hajmi kichik, tez cho'kadi, oson fil'trlanadi va yuviladi. Amorf cho'kmalar esa pag'a-pag'a (yoki iviq) hajmi katta, sekin cho'kadi, qiyin fil'trlanadi va yuviladi.

Labaratoriyalarda, cho'kish tezligini tajriba yo'li bilan aniqlash uchun tekshirilayotgan bo'tananing namunasi silindrga joylashtirilib, ma'lum vaqt davomida tekshiriladi. Silindrga millimetrlarga bo'lingan qog'oz yopishtirilgan bo'ladi.

Birinchi silindrda (I) dastlabki bo'tana ko'rsatilgan. Ma'lum vaqtdan so'ng silindrning balandligi bo'yicha bo'tana qatlamlarga ajraladi: A- tiniq suyuqlik; B cho'kayotgan qatlam; S oraliq qatlam; D zichlashayotgan qatlam (II va III silindrlar). Keyin (III va IV silindrlar) A va D qatlamlar qalinlashib boradi. B qatlam esa ozayadi. Tindirish davom ettirilsa (V silindr) B va C qatlam yo'qolib, A qatlam va D qatlam bir-biri bilan uchrashadi. Bu vaqtda cho'kish jarayoni sekinlashadi. VI silindrda uzoq vaqt davomida cho'kma zichlashib, uning hajmi (V) ozayganligi ko'rsatilgan. Demak cho'ktirish jarayoni A va D qatlamlari uchrashgan vaqtgacha davom ettiriladi. Bu vaqt kritik nuqta deb ataladi.

Suyultirish usuli bilan olib boriladigan yuvish jarayoni ham davriy va uzluksiz maromda o'tkazilishi mumkin.

Yuvish uzluksiz maromda olib borilishi 20.2-rasmida ko'rsatilgan.

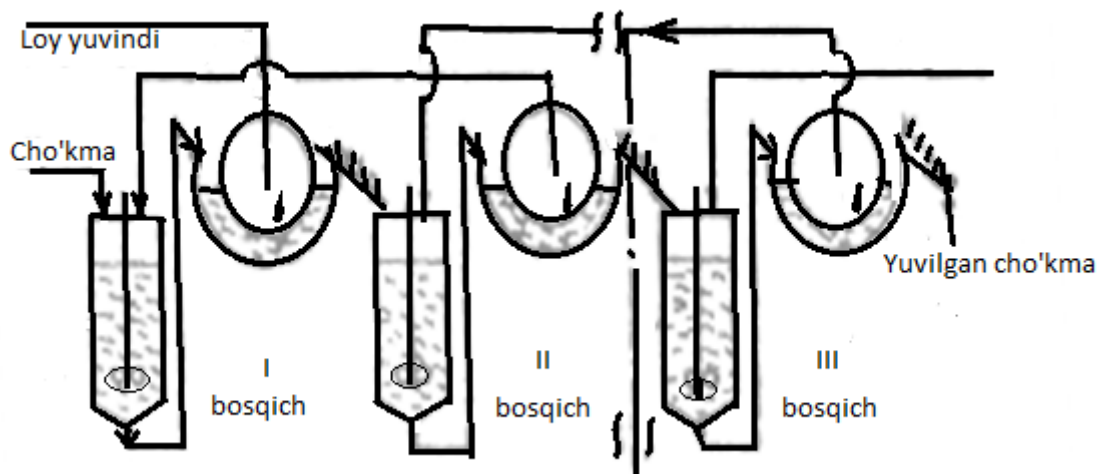


20.2-rasm. Ko‘p bosqichli ketma-ket yuvish sxemasi.

Buning uchun bir nechta ketma-ket o‘langan suzgich yoki tindirgichlardan foydalaniladi. Birinchi reaktorga yuvilishi kerak bo‘lgan cho‘kma va yuvuvchi eritma berib aralashtiriladi va hosil bo‘lgan bo‘tana suzgich yordamida fazalarga ajratiladi. Suzgichdan chiqqan cho‘kma ikkinchi reaktorga o‘zatilib, toza yuvuvchi eritma bilan aralashtiriladi va ikkinchi suzgichga o‘tkaziladi va hakoza. Har bir suzgichdan chiqqan suyuq faza (yuvindi) yuvish jarayonidan chiqariladi.

Bunday sxemaga o‘tkaziladigan yuvish jarayonida yaxshi yuvilgan cho‘kma olinadi. Ammo juda ko‘p yuvindi hosil bo‘ladi. Unda yuvilgan moddaning (metallning) konsentratsiyasi juda kichik bo‘lib, uni ajratib olish murakkablashadi. Shuning uchun bu sxema asosan toza cho‘kma olish uchungina ishlatiladi.

Agar cho‘kmani yuvishdan maqsad metall ajratib olish darajasini oshirishga qaratilgan bo‘lsa, u holda yuvindining miqdorini kamaytirib, undagi metall konsentratsiyasini oshirishga harakat qilinadi. Buning uchun qarama-qarshi oqimli yuvish sxemasidan foydalaniladi (20.3-rasm).

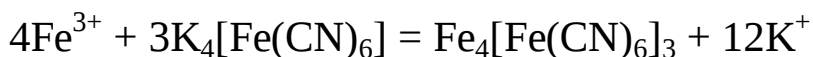


20.3-rasm. Qarshi oqimli yuvish sxemasi: 1-baraban suzgich; 2-repulpator.

Bunda yuvilishi kerak bo'lgan cho'kma birinchi reaktorga beriladi va ikkinchi suzgichdan chiqqan yuvindi bilan aralashtirilib, birinchi suzgichga uzatiladi. Birinchi suzgichdan chiqqan yuvindi yuvish jarayonidan chiqariladi va undan metall ajratib olinadi. Cho'kma esa ikkinchi reaktorga berilib, uchinchi suzgichdan chiqqan yuvindi bilan aralashtiriladi va ikkinchi suzgichga uzatiladi va hakazo. Toza yuvuvchi eritma (suv) sistemaning oxirgi reaktoriga beriladi, halos. Bu sistemada yuvilayotgan cho'kma bilan yuvuvchi eritma qarama-qarshi yo'nalishda harakat qiladi.

Cho'ktirish usulidan kimyoviy analizda quyidagi maqsadlarda:

1) tekshiriladigan eritmada to'g'ridan to'g'ri ayrim ionlarni ochishda, Masalan: Fe^{3+} , Ba^{2+} , Cl^- ionlari aralashmasiga $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ta'sir ettirilganda, o'ziga hos berilgan lazuri cho'kmasini hosil bo'lishi va hokazo;



2) kation va anionlarni ajratishda; halaqit beradigan ionlarni yo'qotishda;

3) aralashmadan ayrim ionlarni ajratib koncentrlashda;

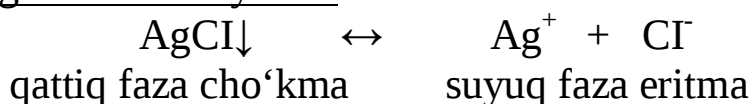
4) aralashmadan ayrim komponentlar miqdorini aniqlashda (tortma analiz) foydalaniladi.

Eruvchanlik ko'paytmasi

Tabiatda mutloq erimaydigan modda bo'lmaydi. Cho'kma hosil bo'lishi bilan qayta erish jarayoni boradi. Cho'kma va to'yingan eritma har xil faza, ya'ni geterogen sistemadan iborat. Geterogen sistemaning bir-

biridan chegara sirtlar bilan ajraladigan ayrim qismlari (choʻkma va toʻyingan eritma), faza deb ataladi.

Agar qiyin eriydigan tuzni Masalan: AgCl olib distillangan suv qoʻshsak, choʻkmani hosil qilgan Ag^+ va Cl^- ionlari yaqin turgan suv dipollari tomonidan tortiladi va ajralib ionlar gidrati holida eritmaga oʻta boshlaydi. Erish jarayoniga teskari Ag^+ va Cl^- ionlari eritmada toʻqnashib AgCl molekulalarini hosil qiladi va choʻkmada ikkita bir biriga qarama-qarshi jarayon sodir boʻlib, maʼlum vaqtdan keyin dinamik muvozanatga olib keladi. Choʻkma bilan dinamik muvozanatda boʻlgan eritmaga toʻyingan eritma deyiladi.



Massalar taʼsiri qonuniga muvofiq:

$$K_{AgCl} = \frac{[Ag^+][Cl^-]}{[AgCl]}$$

$[Ag^+]$ va $[Cl^-]$ – muvozanatdagi kumush va xlor ionlarining konsentrasiyasi

$[AgCl]$ – qattiq fazadagi moddaning konsentrasiyasi

Geterogen sistemada erigan va qattiq modda zarrachalarining toʻqnashishi fazalar sirtida boʻlib, qattiq modda miqdoriga bogʻliq boʻlmaydi va uning konsentrasiyasi doimiy qolib reaksiya tezligiga taʼsir qilmaydi.

Qiyin eruvchan elektrolitning toʻyingan eritmasidagi ionlar konsentrasiyalarining koʻpaytmasi oʻzgarmas haroratda oʻzgarmas miqdordir. Bu miqdor eruvchanlik koʻpaytmasi deb ataladi (EK).

Yuqoridagi misol uchun $EK_{AgCl} = [Ag^+][Cl^-]$. Umumiy holda MmAn koʻrinishdagi elektrolit uchun eruvchanlik koʻpaytmasining ifodasi:

$$EK_{MmAn} = [M^{n+}]^m [A^{m-}]^n$$

Toʻyingan eritmada ionlararo taʼsir kuchni hisobga olish, uchun ionlar konsentrasiyasini ularning aktivligiga almashtirishga toʻgʻri keladi. Ionlar aktivligining qiymati dissosilanish jarayonida ishtirok etayotgan ionlar soniga teng miqdor darajaga koʻtarilib eruvchanlik koʻpaytmasi ifodasiga kiradi.

$$EK_{MmAn} = a_{M^{n+}}^m * a_{A^{m-}}^n$$

Ionlar aktivligi ularning konsentrasiyalari bilan aktivlik koeffisiyentlari koʻpaytmasiga teng boʻlgani uchun eruvchanlik koʻpaytmasini shunday yozish mumkin.

$$EK_{MmAn} = [M^{n+}]^m [A^{m-}]^n * f_{M^{n+}}^m * f_{A^{m-}}^n$$

Lekin, kam eruvchan birikmaning ionlar konsentrasiyasi uning to'yingan eritmasida juda kam bo'lgani uchun ionlar orasidagi o'zaro ta'sir kuchi u qadar ahamiyatli emas. Shuning uchun hisoblashlarda $f_{M^{n+}}^m \text{ va } f_{A^{m-}}^n$ ni birga teng deb olinsa, xato bo'lmaydi. Bundan odatda, amalda qo'llaniladigan tahminiy tenglamani hosil qilamiz:

$$EK_{MnAn} = [M^{n+}]^m [A^{m-}]^n$$

Oson eriydigan elektrolitlarda f ning qiymati birga teng emas. Shuning uchun ulardagi ionlar aktivligini konsentrasiya bilan almashtirib bo'lmaydi. Agar berilgan qiyin eruvchan birikmaning eruvchanlik ko'paytmasi $EK < n \cdot 10^{-7}$ bo'lsa, aktivlik koeffisientini hisobga olmasa ham bo'ladi. Agar $EK > n \cdot 10^{-7}$ bo'lsa, aktivlik koeffisientini kiritish kerak. Biroq eruvchanlik ko'paytmasi qoidasiga asoslangan hisoblashlarda katta aniqlik talab qilinmaydi, shuning uchun ko'p hollarda aktivliklar konsentrasiyalar bilan almashtiriladi.

Qiyin eruvchan birikmalarning eruvchanlik ko'paytmasi qiymati ma'lumotnomalarda keltirilgan bo'ladi.

Qiyin eruvchan elektrolitlarning eruvchanlik ko'paytmasini hisoblash uchun, uning berilgan haroratdagi eruvchanligi aniqlanadi. Eruvchanlikni bilib, eruvchanlik ko'paytmasini hisoblab topish oson.

Masalan: CaCO_3 ning eruvchanligi 0,0069 g/l. Eruvchanlik ko'paytmasi hisoblansin.

Yechish: Eruvchanlikni mollarda ifodalaymiz: $M_{\text{CaCO}_3} = 100,69$

$$E_{\text{CaCO}_3} = \frac{6,9 \cdot 10^{-3}}{100,69} = 6,85 \cdot 10^{-5} \text{ mol/l}$$

Har bir CaCO_3 molekulasini eritilganda bittadan Ca^{2+} va CO_3^{2-} ionlari hosil bo'lgani uchun $\text{Ca}^{2+} = \text{CO}_3^{2-} = 6,85 \cdot 10^{-5} \text{ mol/l}$.

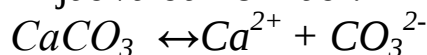
Demak,

$$EK_{\text{CaCO}_3} = [\text{Ca}^{2+}] [\text{CO}_3^{2-}] = 6,9 \cdot 10^{-5} \cdot 6,9 \cdot 10^{-5} = 4,7 \cdot 10^{-9}$$

Moddalarning EK qiymatini bilgan holda kam eruvchan moddaning eruvchanligini hisoblash mumkin.

$$E_{MnAn} = \sqrt[m+n]{EK_{MnAn} \cdot m^m \cdot n^n}$$

Masalan: CaCO_3 suvdagi eruvchanligini g/l hisoblang. Eruvchanlik ko'paytmasining qiymati 2 jadvaldan olinadi.



$$[\text{Ca}^{2+}] = [\text{CO}_3^{2-}] = X$$

$$EK_{\text{CaCO}_3} = [\text{Ca}^{2+}] [\text{CO}_3^{2-}] = X \cdot X = X^2$$

$$X = E = \sqrt{EK} = \sqrt{3,8 \cdot 10^{-9}} = 6,16 \cdot 10^{-5} \text{ mol/l}$$

Eruvchanlikni g/l da hisoblash uchun molyar konsentrasiyani moddaning molekulyar massasiga ko'paytirish kerak.

$$E = 6,16 \cdot 10^{-5} \cdot 100,69 = 6,20 \cdot 10^{-3} \text{ g/l}$$

Cho'kma quyidagi hollarda qisman yoki to'liq erishi mumkin:

- a) kompleks birikma hosil bo'lishi yoki gaz ajralib chiqishi;
- b) yuzaki jarayonlar borishi ;
- v) oksidlanish darajasining o'zgarishi ;
- g) $[H^+]$ ionlari konsentrasiyasining oshishi ;
- d) cho'kmaga ionlari bo'lgan biror kuchli elektrolitni qo'shish va hokazo.

Cho'kmalarning hosil bo'lishi va ularga ta'sir qiluvchi omillar

Agar qiyin eruvchan elektrolitning ionlar konsentrasiyasining ko'paytmasi uning eruvchanlik ko'paytmasidan kam bo'lsa, eritma to'yinmagandir. EK qoidasiga muvofiq berilgan, qiyin eriydigan elektrolit ionlari (aktivliklarining) konsentrasiyalarining ko'paytmasi berilgan haroratda eruvchanlik ko'paytmasiga teng bo'lgan vaqtdagina eritma shu elektrolitga nisbatan to'yingan bo'ladi, ya'ni

$$[Ag^+][Cl^-] < EK_{AgCl} - \text{to'yinmagan eritma}$$

$$[Ag^+][Cl^-] = EK_{AgCl} - \text{to'yingan eritma}$$

$$[Ag^+][Cl^-] > EK_{AgCl} - \text{o'ta to'yingan eritma}$$

Kam eruvchan elektrolitning ionlar konsentrasiyasining ko'paytmasi berilgan haroratdagi eruvchanlik ko'paytmasi qiymatidan ortiq bo'lgan hollarda cho'kma hosil bo'ladi.

Cho'kishga ta'sir qiluvchi omillar:

1. Eritma konsentrasiyasining ta'siri

2. Cho'ktiruvchi miqdorining ta'siri. Cho'ktirish uchun cho'ktiruvchining miqdori bir yarim barobardan ortiqcha olinadi. Cho'ktiruvchining ortiqcha qo'shilishidan eritmadagi cho'ktiriladigan ionlarning konsentrasiyalarini mos ravishda kamayishiga, ya'ni cho'kmaning to'la cho'kishiga olib boradi.

3. Bir ismli ionning ta'siri. To'yinmagan elektrolit eritmasiga bir ismli ioni bo'lgan elektrolit qo'shib, to'yingan va o'ta to'yingan eritma hosil qilish mumkin.

Haqiqatan agar AgCl ning to'yingan eritmasiga oz-ozdan HCl yoki KCl qo'shsak, dastlab AgCl ning EK qiymati (ya'ni 25°C da $1,78 \cdot 10^{-10}$) dan kam bo'lgan ionlar ko'paytmasi asta-sekin unga tenglashadi va nihoyat, undan ortib ketadi. Shunga muvofiq to'yingan eritmaga va bundan keyin esa o'ta to'ingan eritmaga aylanadi.

Demak, qiyin eriydigan elektrolitlarning eruvchanligi, ularning eritmasiga tarkibida shu eritmadagi ionlarning biri bilan bir ismli ioni bor birorta kuchli elektrolit kiritilishi bilan kamayadi.

4. Tuz effekti. Tajriba natijalari shuni ko'satadiki, bir ismli ionga ega bo'lmagan tuzlar ham elektrolitlarning eruvchanligiga ta'sir etadi. Ammo bunday hollarda, odatda eruvchanlik ortadi. Bu hodisa "tuz effekti" deb ataladi. Masalan K_2SO_4 va Na_2SO_4 shunga o'xshash tuzlar qo'shilganda $AgCl$ ning eruvchanligi ortadi. Qo'shilayotgan tuzlarning konsentratsiyasi qancha yuqori bo'lsa, erish shuncha ko'p bo'ladi.

Qiyin eruvchan elektrolitga bir ismli ionga ega bo'lmagan tuzlarni kiritganda eritmaning ion kuchi ortishi sababli qiyin eruvchan elektrolit ionlarining aktivlik koeffitsiyentlari kamayadi. Bunda eritma to'yinmagan bo'lib, elektrolitning eruvchanligi ortadi.

5. Haroratning ta'siri. O'zgarmas haroratda EK o'zgarmas miqdordir. Haroratning oshishi bilan EK qiymati ortib boradi. Cho'kmani xarakteriga (amorf, kristall) qarab turli haroratda cho'ktiriladi.

Nazorat savollari

1. Nima uchun cho'ktirish kimyoviy analiz usullaridan biri bo'lib hisoblanadi.
2. Eruvchanlik ko'paytmasi nima?
3. Eruvchanlik ko'paytmasiga qanday omillar ta'sir qiladi?
4. Eruvchanlikka qanday omillar ta'sir qiladi?
5. Cho'kmalarni hosil bo'lish shartlari.

21- MA'RUZA. KISLOTALI ASOSLI TITRLASH

Reja: 1. Kislotali asosli titrlash

2. Titrlash egri chiziqlari. Indikatorlar tanlash. Titrlash xatosi.
3. Yodometrik aniqlashni o'tkazish shartlari.
4. Qaytaruvchilarni aniqlash.
5. Indikator sifatida ishlatiladigan kraxmal eritmasini tayyorlash.
6. Ishchi eritmalar.
7. Oksidlovchilarni aniqlash

Kislotali asosli titrlash usuli protonni titrantdan titrlanuvchi moddaga yoki titrlanuvchi moddadan titrantga o'tishiga asoslangan. Kislotali asosli tasirlanish reaksiyasi stexiometrik va yuqori darajada tezlik bilan

yoʻnalishi kerak.

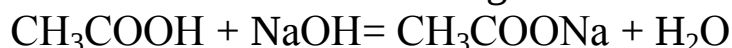
Kislotali asosli titrlashda qoʻllanadigan titr NaOH, KOH, HCl, H₂SO₄ kislotalarni eritmalarini titrlash uchun ishchi, Na₂Bi₄O₂ · 10 H₂O, Na₂SO₃, H₂SrO₄ · 2H₂O qoʻllaniladi.

Ekvivalent nuqtasi:

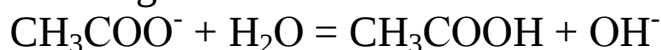
$$\begin{aligned} \text{H}^+ + \text{OH}^- &\rightleftharpoons \text{H}_2\text{O} \\ [\text{H}^+] &= [\text{OH}^-]; \\ K_v = [\text{H}^+][\text{OH}^-] &= 10^{-14}; [\text{H}^+]^2 = 10^{-14}; \\ [\text{H}^+] &= 10^{-7}; \\ \lg [\text{H}^+] &= -7; \quad \text{pH} = -\lg[\text{H}^+] \end{aligned}$$

[H⁺] = [OH⁻] - tenglik kuchli kislotalarning kuchli asoslar bilan yoki kuchli asoslarni kuchli kislotalar bilan titrlaganda oʻrinli boʻladi.

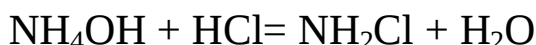
Kuchli kislotalar kuchli asoslar bilan titrlanganda:



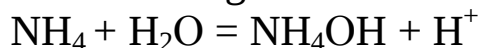
Maʼlum qism anionlar gidrolizlanadi



kuchsiz asosni kuchli kislota bilan titrlanganda ekvivalentlik momenti pH > 7 boʻladi.



reaksiyada maʼlum qism kationlar gidrolizlanadi.



ekvivalentlik momenti pH < 7

Titrlashni oxirgi nuqtasini aniqlash uchun indikatorlar qoʻshiladi. Kislotali asosli indikatorlarga kuchsiz organik kislota yoki asoslar turli rang hosil qiluvchi moddalar, lakmuslar kiradi.

Lakmus muhitning klassifikasiyasini aniqlash uchun ishlatiladi, nordon muhitda koʻkaradi ishqoriy muhitda qizaradi.

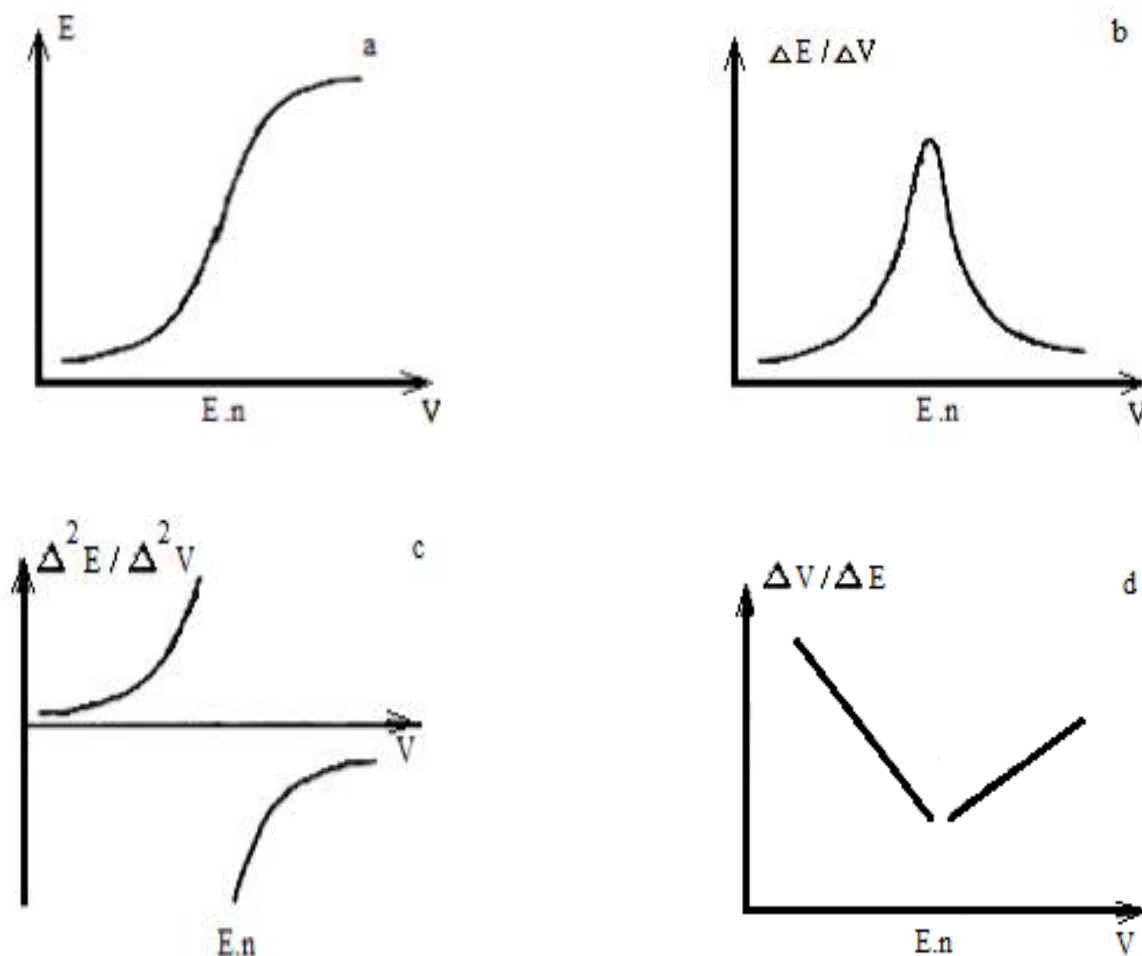
Kislotali asosli titrlash quyidagi usullarda qoʻllaniladi:

1. Redoksimetriya (oksidlovchi qaytaruvchi reaksiyalarda qoʻllaniladi);
2. Permanganatometriya (HNaO₄ oksidlanishi);
3. Yodometriya (J-oksizlanishi);
4. Kaliy dixromat bilan (K₂Sr₂O₇);
5. Bromometriya (KBr₂O₈);
6. Serimetriya (Ce⁴⁺ ionlari bilan);
7. Vanadimetriya (VO₂⁻ ionlari bilan);
8. Titrometriya (Ti³⁺ ionlari bilan tiklash).

Titrlash egri chiziqlari va indikator tanlash kislota asosli birikish reaksiyasiga asoslangan usullarda, titrlash egri chiziqlar eritma pH ni odatda qoʻshilgan eritmani hajmiga bogʻliq boʻlishini kursatadi. Titrlash

egri chiziqlarini to'zishda pH qiymati hisoblanadi.

1. Ekvivalent nuqtaga qadar (e.n.q.)
2. Ekvivalent nuqtada (e.n.)
3. Ekvivalent nuqtadan keyin (e.n.k)



21.1-rasm. Titrlashdagi aniqlangan egri chiziqlari

Titrlash egri chiziqli ekvivalent bilan kesishgan joyi **ekvivalent nuqta**, hamda uni neytrallik chizig'i bilan kesishgan joyi esa **neytrallanish nuqtasi** deyiladi. Kuchli kislotani kuchli asos bilan titrlashda ekvivalent va neytral nuqtalar bir-biriga mos keladi. Agarda ekvivalent nuqta yaqinida pH ni keskin o'zgarishi **titrlash sakramasi** deyiladi. Bu titrlash egri chizig'ini eng muhim tomoni hisoblanadi, chunki titrlash sakramasi buyicha indikator tanlanadi va boshqa masalalar hal qilinadi. Titrlash vaqtida pH ni keskin o'zgarish sohasi reaksiya muvozanat konstantasi va reagentlar ko'rsentratsiyasi bilan aniqlanadi. Ko'pchilik titrometrik usullarda xatolik 0,1 % dan ortmaydi.

Titrimetrik tahlilida ekvivalent nuqtani aniqlash uchun indikatorlar qo'llaniladi. Titrimetrik tahlil aniqlash davrida asos sifatida birinchi bo'lib, kaliy karbonat qo'llanilib, ekvivalent nuqtaning gaz ajralishini

to'xtashi bilan belgilanadi. Keyinchalik kislota-asosli titrlashda rangli indikatorlar keng tarqaldi. Bunday rangli eritma pH ga bog'liq bo'laldi. Rangli indikatorlarni titrlashni birinchi bo'lib 1767 yil U.L. Lavoisier bajardi va birinchi qo'llagan indikator lakmus bo'ldi, garchi turli o'simlik va ekstraktlarni indikatorlik xossalari ancha oldin ma'lum bo'lsa ham, birinchi bo'lib lakmusni qo'lladi.

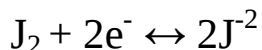
Kislota-asosli indikatorlar o'tish intervali ekvivalent nuqtaga erishildimi yoki erishilmadimi bundan qat'iy nazar o'z rangini o'zgartiradi. Tug'ri tanlangan indikatorlar titrlash sakrama sohasidagi o'z rangini o'zgartiradi. Indikator to'g'ri tanlanmasa u holda ekvivalent nuqtadan ancha oldin (to'la titrlanmagan eritma yoki undan keyin (titrlash o'tkazilib yuborilgan) o'z rangini o'zgartiradi.

Indikatorni titrlash egri chizig'i bo'yicha tanlab olinadi. Buning uchun titrlash egri chizig'i grafigiga indikatorni o'tish oralig'ini qo'yiladi. To'g'ri tanlab olingan indikator o'tish intervali to'la yoki qisman titrlash sakramasi bilan qo'llaniladi. Agar bo'nday holat bo'lmasa ayni titrlash uchun indikator yaramaydi. Indikator bilan titrlashni tugatiladigan pH kattaligi **indikator ko'rsatkichi** deyiladi va pT simvoli orqali belgilanadi. Odatda titrlash ko'rsatkichi indikatorni o'tish intervali o'rtasida bo'ladi. Masalan, metiloranj uchun pT ko'rsatkichi 4 ga, fenolftaleinni ko'rsatkichi 9 ga teng. Agar indikator ko'rsatkichi titrlash sakramasi oralig'ida bo'lsa u ayni titrlashga yaroqli indikator hisoblanadi.

Titrlash xatosi.

Middalarni titrlashda ishlatilayotgan indikatorning ekvivalent pT va pH qiymatini to'g'ri kelmasligi natijasida titrlash xatosi sodir bo'lishi mumkin. Kuchli kislota kuchli asos bilan yoki aksincha titrlashda vodorodli yoki gidrooksidli xato bo'lishi mumkin. Vodorod yoki H xatolik, agar $pT < 7$ bo'lsa, yoki kuchli kislota ishqor bilan titrlashda titrlash tugallangan so'ng eritmada kislota to'liq titrlanmaydi, xato $pT > 7$ ni xarakterlaydi. Bu ekvivalent miqdorga nisbatan kuchli asos bir oz ortiqcha bo'lishini ko'rsatadi.

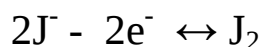
Yodometriya hajmiy tahlilning bir turi bo'lib, yod tuzlariga oksidlovchilar ta'sir etganda yod ionlaridan erkin yodga aylanishi va aksincha bo'lgan quyidagi oksidlanish-qaytarilish jarayonlariga asoslangan:



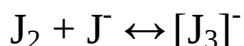
Yod barcha galogenlar singari elektronlarni oson bera oladigan moddalardan (qaytaruvchilardan) elektronlarni tortib oladi, shuning uchun

erkin yod KMnO_4 va $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ lardan kuchsiz oksidlovchi hisoblanadi.

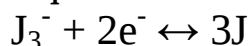
J^- ionlari elektronlarni biriktirib olishiga moyil moddalarga (oksidlovchilarga) elektronlarni oson beradi, ya'ni J^- anionlari qaytaruvchilar jumlasiga kiradi:



Kristall holatdagi yod suvda kam eriydi. Shuning uchun uning KJ dagi eritmasi standart eritma sifatida ishlatiladi. Yod kaliy yodid eritmasida eriganda $[\text{J}_3]^-$ ionlari hosil bo'ladi:



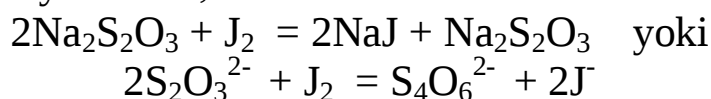
Yodometrik titrlashda sodir bo'ladigan reaksiyalarning prinsipial sxemasini qo'yidagicha tasavvur qilish mumkin:



Bu sistemaning oksidlanish-qaytarilish potentsiali reaksiya kislotali muhitda sodir bo'lsa, vodorod ionlarining konsentratsiyasiga bog'liq emas.

Yodometriyada indikator sifatida kraxmal eritmasidan foydalaniladi. Erkin yod kraxmal eritmasini zangori rangga bo'yaydi. Agar biror qaytaruvchi eritmasi kraxmal ishtirokida yod eritmasi bilan titrlansa, ekvivalent nuqtasiga erishilgandan so'ng eritmaga ortiqcha bir tomchi yod eritmasi qo'shilganda barqaror zangori rang paydo bo'ladi. Aksincha, yod eritmasiga kraxmal ishtirokida qaytaruvchi eritmasidan oz-oz qo'shib titrlash ham mumkin. Keyingi holatda ekvivalent nuqtasini aniqlashda eritmaning zangori rangini yo'qolishidan foydalaniladi.

Qaytaruvchilarni aniqlash yodometriyada amalda keng qo'llaniladi. Masalan, natriy tiosulfat eritmasiga erkin yod ta'sir ettirilsa, quyidagicha reaksiya boradi;



Ikkita $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ tiosulfat ionlari J_2 molekulasiga bittadan jami ikkita elektron berib, $\text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ tetratonat ioniga qadar oksidlanadi. Bunda molekula tarkibidagi yod atomlari qaytarilib, yod ionlariga aylanadi.

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ eritmasini yod eritmasi bilan titrlashda yod eritmasining to'q-qo'ng'ir tusi tezda yo'qoladi. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ni titrlash uchun olingan hamma eritma titrlanib bo'linganda titrlanayotgan suyuqlik bir tomchi yod eritmasi qo'shilishi bilan och sariq tusga kiradi. Indikator sifatida yod uchun nihoyatda sezgir reaktiv kraxmal eritmasini ishlatish ancha qulaylik tug'diradi, kraxmal yod bilan birikib, to'q ko'k tusli adsorbsion birikma hosil qiladi. Kraxmal eritmasidan foydalanilganda titrlash oxirida suyuqlikka yod eritmasidan ortiqcha bir tomchi qo'shish bilan u ko'k

tusga kiradi, suyuqlikning bu tusi esa barqaror bo'ladi (o'chib ketmaydi), bunga asoslanib titrlashning oxiri aniqlanadi.

Oksidlovchilarni aniqlashda qaytaruvchilarni aniqlash usulidan farqlanadi. Tekshirilayotgan oksidlovchi eritmasiga mo'l miqdorda KJ eritmasidan qo'shiladi, reaksiya natijasida kislotali muhitda oksidlovchi kaliy yodididan ekvivalent miqdorda erkin yod ajralib chiqadi.

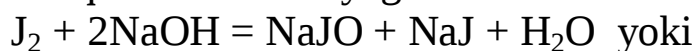


Yodometrik aniqlashni o'tkazish shartlari;

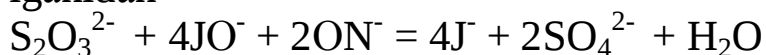
1. Yodometrik usuldan qaytaruvchi va oksidlovchilarni aniqlashdan tashqari, kislota va asoslarni aniqlashda ham foydalanilsa bo'ladi. Yodometrik reaksiyalar qaytar reaksiya bo'lib, oxiriga qadar bormasligini va maxsus sharoit yaratilgandagina amalda oxirigacha borishi mumkinligini unutmaslik kerak.

2. Yod uchuvchan modda bo'lganligi uchun titrlash sovuq eritmalarida o'tkaziladi; bundan tashqari temperatura ko'tarilganda kraxmalning indikatorlik sifati pasayadi.

3. Yodometrik titrlashni kuchli ishqoriy muhitda olib borib bo'lmaydi, chunki bunda yod ishqor bilan reaksiyaga kirishadi:



Bu reaksiyada hosil bo'ladigan gipoyodid JO^- ionlar J_2 qaraganda kuchli oksidlovchi bo'lganidan

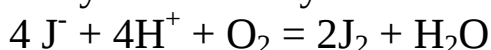


tenglamaga muvofiq tiosulfatni qisman sulfatga qadar oksidlaydi. Shuning uchun yodometrik titrlashda gipoyodid ishtirok etishiga yo'l qo'ymaslik lozim.

4. Yod suvda kam eruvchan modda bo'lganligi sababli oksidlovchilarni yodometrik titrlashda KJ dan anchagina mo'l miqdorda ishlatishga to'g'ri keladi.

5. Ko'p miqdorda KJ va kislota qo'shilsada aniqlanayotgan oksidlovchi bilan J^- ionlari orasidagi reaksiya odatda yetarli tezlikka ega bo'lmaydi. Shuning uchun KJ eritmasiga oksidlovchi qo'shilgandan keyin birmuncha vaqt kutib turiladi va so'ngra, reaksiya vaqtida ajralib chiqqan yodni titrlashga kirishiladi.

6. Titrlash oldidan reaksiyon aralashmani qorong'i joyda saqlash kerak, chunki yorug'lik J^- ionlari bilan havo kislorodi orasida bo'ladigan quyidagi qo'shimcha reaksiyani tezlatib yuboradi



Indikator sifatida ishlatiladigan kraxmal eritmasini tayyorlash.

Kraxmal suvda erimaydi. Ammo kraxmalning suvdagi suspenziyasini 85-90°C gacha qizdirish yo'li bilan uning kolloid eritmasini hosil qilish mumkin. Ana shu kolloid eritma yodometriyada indikator sifatida ishlatiladi.

Kraxmal eritmasini tayyorlash uchun “eruvchan kraxmal” deb ataladigan kraxmaldan taxminan 0,5 g. tortib olinadi va unga bir necha millilitr (masalan 5 ml.) distillangan suv qo'shib, yaxshilab chayqatiladi yoki shisha tayoqcha bilan aralashtiriladi. Hosil bo'lgan loyqa (suspenziya) stakanda qaynab turgan 100 ml suvga solinadi. Shuning uchun eritma 2 daqiqa davomida (eritma tiniq holga kelguncha) qaynatilib, issiqligicha filtrlanadi. Filtrat titrlash vaqtida indikator sifatida ishlatiladi.

Kraxmal eritmasi mikroorganizmlarni oziqlantiruvchi muhit bo'lib, tez bo'zilib qolishini ham nazarda tutish kerak. Agar kraxmal eritmasini tayyorlashda unga bir necha milligramm HgJ_2 qo'shilsa, ancha barqaror eritma hosil bo'ladi.

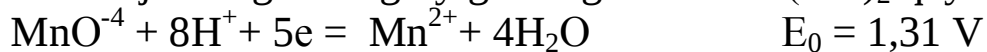
Indikator eritmasining to'g'ri tayyorlanganligini tekshirib ko'rish shart. Buning uchun 2-3 ml kraxmal eritmasi 50 ml distillangan suvga solinadi, unga yodning 0.02 n eritmasidan bir tomchi tomizilganda zangori rang paydo bo'lishi kerak. Agar bu vaqtda eritma ko'karmay, binafsha yoki qo'ng'ir tusga kirsam kraxmal eritmasi aynigan bo'ladi, bunday eritmani indikator sifatida ishlatib bo'lmaydi.

Permanganatometriya titrometrik tahlilni bir turi bo'lib, ishchi titrant eritma sifatida KMnO_4 eritmasi ishlatiladi. Usul MnO_4^- ni oksidlash - kaytarilish reaksiyalarga asoslangan. Oksidlanishni nordon kislotali muhitda ham, ishkoriy muhitda ham o'tkazish mumkin.

Aniqlanayotgan eritmani kislotali muhitda titrlash jarayonida permanganat eritmasini malina qizil rangi yuqoladi. Lekin ikki valentlik nuqtasiga etgandan keyin KMnO_4 eritmasini tomchilab qo'shilishida, suyuqlik rangi asl holatiga qaytadi.

Indikator sifatida KMnO_4 o'zi xizmat qiladi.

Nordon holatda MnO_4^- oksidlanganda, oqish rangli Mn^{2+} ionlarigacha qaytariladi. Kuchsiz kislotali, neytral va ishqoriy eritmalarda MnO_2 dioksidigacha qaytariladi, tug'rirog'i qo'ngir cho'kma holida ajraladigan magniy gidratigacha $\text{MnO}(\text{OH})_2$ qaytariladi.



(E_0 oksidlovchi-qaytaruvchi potentsiali)

KMnO₄ ni oksidlash xususiyati kislotali muhitda, ishqoriy muhitdagiga nisbatan katta, shuning uchun KMnO₄ kislotali muhitda kuchli oksidlovchi hisoblanadi.

Uni quyidagi tiklovchi, qaytariluvchilarni aniqlashda qo'llaniladi:

- metall ionlarni (Fe²⁺, Sn²⁺, Cu⁺, Mn⁺, Sb³⁺, Mo³⁺);
- metalmas ionlarni (S²⁻, J⁻, Br⁻);
- tiklovchilarni anionlarini (SO₃²⁻, S₂O₃²⁻, CN⁻, N⁻).

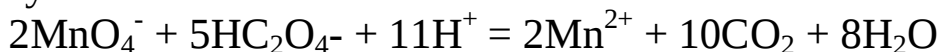
Ushbu usul qaytaruvchilarni va oksidlovchilarni miqdoriy tahlil qilishda keng ishlatiladi.

Tiklovchi ishchi KMnO₄ eritmasi bilan tug'ri bevosita titrlash orkali aniqlanadi. Oksidlovchilar teskari titrlash yo'li bilan aniqlanadi. Bunda aniqlanayotgan oksidlovchini eritmasiga, aniq tekshirilgan tiklovchini eritmasi qo'shiladi.

KMnO₄ ni kislotali muhitda ekvivalenti 1/5 KMnO₄, neytral ishqoriy muhitda 1/3 KMnO₄. Laboratoriya sharoitida ko'pincha 0,02-0,07 normalli KMnO₄ erit-masi ishlatiladi.

Ishchi eritmalar. Titrlangan KMnO₄ eritmasini uni kristall holdagi prepara-tidan tayyorlash mumkin emas, chunki doim uning tarkibida parchalanishdan hosil bo'lgan MnO₂ va boshqa maxsulotlar bo'ladi. KMnO₄ aniq kohsentratsiyasini topishdan oldin eritmasini qoramtir idishda 7-10 kun saqlab turiladi. Bu vaqt ichida kaytaruvchi maxsulot oksidlanadi, natijada eritmada suvda eriydigan turli mikdordagi changlar, organik birikma qoldiqlari va boshqalar bo'ladi. Bu jarayonlarni tezlashtirish uchun ba'zan KMnO₄ eritmasi qaynatiladi. Suvda ham oksidlanish-qaytarilish xossasi bo'lib u permanganatni qaytarishi ham mumkin ekanligini hisobga olish kerak. Bu reaksiya juda sekin boradi ammo to'g'ridan-to'g'ri yorug'lik nurini ta'siri KMnO₄ ni parchalab MnO₂ hosil bulishini tezlashtiradi shu sababli 7 -10 kundan keyin cho'kma MnO₂ ni yuqotish shart.

Eritma odatda ehtiyotkorlik bilan boshqa idishga quyiladi yoki shisha filtrdan foydalanib filtrlanadi. Shu asosda tayyorlangan uncha kichik bo'lmagan konsentratsiyali KMnO₄ (0,05 n. va undan yuqori f_{ekv}=1/5) eritma o'z titrini uzoq vaqtgacha saqlaydi. KMnO₄ eritmasining titri suvsiz natriy oksalat Na₂C₂O₄ yoki oksalat kislotasi H₂C₂O₄·2H₂O yordamida topiladi. KMnO₄ bilan oksalat kislotaning birikish reaksiyasi avtokatalitik jarayon hisoblanadi.



Bunda Mn²⁺ ionlari katalizator bo'ladi. Birinchi tomchi hatto issiq

bo'lsa ham juda sust ragsizlanadi. Titrlash davrida ayni reaksiya uchun katalizator bo'ladigan Mn^{2+} ionlari konsentratsiyasini o'sishi bilan reaksiya tezligi oshadi. Ya'ni reaksiya o'z-o'zidan katalizator holiga o'tadi.

Eritma titrini mishyak (III) yoki temir metali bilan ham aniqlash mumkin. Agarda keyinchalik tahlilda ayni element miqdorini aniqlash kerak bo'lsa, temir metali orqali $KMnO_4$ eritmasini standartlash yanada yaxshi bo'ladi.

Permangonometrik usulda qaytaruvchilar $Fe(II)$ tuzlari, oksalat kislotasi va bir qator boshqa eritmalarni ham qo'llash mumkin. Ayni holda oksidlovchilar miqdori bilvosita usul bilan aniqlanadi. Havoda $Fe(II)$ eritmasi sekin asta oksidlanadi, ayniqsa neytral eritmada bu yaqqol ko'rinadi. Kislotali holga keltirish oksidlanish jarayonini susaytiradi. Lekin odatda $Fe(II)$ eritmasini ishlatish oldidan, uni titrini tekshirish tavsiya etiladi. Eritmada oksalatlar va natriy oksalatlar sustlik bilan parchalanadi: $H_2C_2O_4 = CO_2 + CO + H_2O$

Yorug'lik ta'sirida bu jarayon tezlashadi, shu sababli oksalatlarni ham qorong'i yerda saqlash tavsiya etiladi.

Amalda qo'llanishi: Permangonometriya usuli amaliy ahamiyatga ega bo'lib, bevosita titrlab qaytaruvchilar miqdori yoki bilvosita yo'l bilan oksidlovchilar miqdori topiladi. Ayrim moddalarni qoldik yoki ekvivalent nuqtada boshqa moddalarga almashtirib titrlanadi.

Qaytaruvchi modda miqdorini aniqlash (bevosita titrlash):

Permangonometriya usul temir, uran oksalatlar, nitrit va boshqa modda miqdorini aniqlashda qo'llaniladi.

Permangonometriyaning amalda muhim qo'llanishidan biri temir miqdorini aniqlashdir. Tahlil uchun keltirilgan namuna tarkidida odatda uch valentli temir bo'ladi. Shu sababli titrlash oldidan uni temir (II) ga qaytarish kerak. Agar tahlil qilinuvchi namunada faqat temir (II) bo'lsa uni sulfat kislotali muhitda bevosita $KMnO_4$ eritmasi bilan titrlanadi. Titrlash natijasida hosil bo'lgan temir (III) bir oz qiyinchiliklar tug'diradi.

Oksidlovchilarni aniqlash (bilvosita yoki qoldiq bo'yicha titrlash).

Oksidlovchilar oksalat kislotasi yoki natriy arsenatlarni standart eritmalari bilan qaytariladi va ortiqcha qaytaruvchi esa kaliy permanganat bilan titrlanadi.

Oksidlanish-qaytarilish xususiyatiga ega bo'lmagan ionlarni aniqlash (almashtirib titrlash bilan). Bu usul bilan kam eruvchan oksalatlar hosil qiluvchi kationlar, masalan kalsiy, stronsiy, bariy, qo'rg'oshin, ruh va boshqalarni aniqlash mumkin. Eritmadagi kaliy

miqdorini aniqlash uchun uni CaS_2O_4 suvda cho'ktiriladi, filtrlanadi va yaxshilab yuvilgandan so'ng cho'kma sulfat kislota dan eritiladi va ajralib chiqqan oksalat kislota kaliy permanganat bilan titrlanadi.

Nazorat savollari

1. Kislotali asosli titrlash nimaga asoslangan?
2. Titrlash egri chiziqlarni tuzishda nimani qiymati hisobga olinadi?
3. Ekvivalent nuqta, neytrallanish nuqtasi ded nimaga aytiladi?
4. Titrlash xatosi nima natijasida sodir bo'lishi mumkin?
5. Qaytaruvchilarni aniqlash qaysi tahlilda keng qo'llaniladi?
6. Indikator sifatida qaysi eritmalar ishlatiladi?

22 - MA'RUZA.FOTOMETRIK TAHLIL USULI VA TAHLILDAGI XATOLIKLAR

Reja: 1. Fotometrik tahlil usuli.

2. Moddalarni fotometrik aniqlash usullari.

3. Qo'shish usuli, darajalash grafik usuli, differensial fotometrik usuli, ekstrak-sion fotometrik usullari.

4. Fotometrik tahlildagi xatoliklar.

Fotometrik tahlil tulqin uzunligi 180 dan 1100 nm gacha bo'lgan oraliqdagi elektromagnit nurlanishni tanlab yutilishiga asoslangan. Usul juda ham oddiy, tezkor, yuqori sezgirlikni o'zichiga oladi, shuning uchun analitik labora-toriyalarda, amaliyotda juda keng foydalaniladi. Fotometrik tahlilda monoxromatik nurlanish ishlatilsa, spektrofotometriya deyiladi. Bularda nurli parchalash uchun spektrda prizmalar, difraksion panjaralar va fotokolorimetrlardan foydalaniladi.



22.1-rasm. Fotokolorometr.



22.2-rasm. Fotoelektrokolorimetr.

Nurlanishni yutilishi asosiy qonunini Buger, Lambert va Berlar tomonidan kashf qilingan. Bu qonun eritmadagi yutilayotgan moddaning konsentratsiyasi, yutilish miqdori bilan bog'laydi. Ushbu birlashgan qonun quyidagi tenglik bilan ifodalanadi:

$$I_1 = I_0 \cdot 10^{-E \cdot I \cdot C}$$

Bu yerda: I_1 - 1 kalinlikdagi yutilayotgan moddani qatlami orqali o'tadigan nurli energiya oqimi;

I_0 - yutilayotgan moddani tushayotgan nurli energiya oqimi;

E - yutilishni molyar proporsionallik koeffitsiyenti;

C - konsentratsiya;

I - yutilayotgan moddaning qalinligi.

Konsentratsiya C mol/litr, qatlam qalinligi santimetrlarda belgilanishi shart.

Logarifmik kurinishda yuqoridagi tenglik quyidagicha bo'ladi.

$$A = \lg(I_0/I_1) = \sum 1 \cdot C \cdot D$$

Fotometrik tahlilda eritmadagi moddalarning rangiga qarab u yoki bu elementning miqdorini kuzatish yoki fotoelementlar yordamida, ya'ni yorug'lik energiyasini elektr energiyasiga aylantirish hisobiga aniqlanadi.

Fotometrik tahlil kolometrik va fotometrik usullarga bo'linadi. Fotometrik usulda moddalarning miqdorini tahlil qilish imkoniyatlari juda katta.

Bu usulda elementlar va moddalarni 20-50 % konsentratsiyali miqdordan tortib 10^{-3} - 10^{-5} % konsentratsiyali miqdorgacha aniqlash mumkin.

Kolorometrik usulda fotoelementlar yordamida moddalarni va eritmalarini rangiga nisbatan konsentratsiyasini aniqlanadi.

Buger Lambert Bert qonuniga asosan:

1) idishdagi eritmadan o'tgan yorug'lik nurining intensivligini, unga tushayotgan nurning intensivligiga nisbati yorug'lik o'tkazuvchanlik T deyiladi va quyidagicha ifodalanadi;

2) eritmaning optik zichligi eritma tartibidagi moddalarning konsentratsiyasiga uzviy bog'lik.

Moddalarni fotometrik aniqlash usullari

Modda konsentratsiyasini aniqlash uchun tekshiriluvchi eritmadan ozroq olib, undan fotometrlash uchun rangli eritma tayyorlanadi va uning optik zichligi o'lchanadi. So'ngra shunga o'xshash yo'l bilan aniqlanuvchi moddaning ma'lum konsentratsiyali rangli uch-to'rtga standart eritmasi tayyorlanadi va kyuvetalarning o'zida ularning optik zichligi o'lchanadi. Taqqoslovchi eritmalar optik zichliklarining qiymatlari aniqlanuvchi eritma uchun $A_x = \epsilon_x \cdot S_x \cdot 1_x$ standart eritma uchun $A_{st} = \epsilon_{\lambda CT} \cdot 1_{ST}$ bo'ladi. Tenglamalarning birini ikkinchisiga bo'lsak,

$$A_x / A_{st} = \epsilon_x \cdot S_x \cdot 1_x / \epsilon_{\lambda ST} S_{ST} \cdot 1_{ST}$$

ni olamiz.

$1_x = 1_{ST}$ va $1_\lambda = \text{const}$ bo'lgani sababli

$$C_x = A_x S_{st} / A_{st}$$

Taqqoslash usulidan bir marotaba aniqlashlardagina foydalanish mumkin. U nur yutilishining asosiy qonuniga rioya qilishni talab etadi.

Darajalash grafik usuli. Optik zichlik konsentratsiya koordinatlaridagi grafik to'g'ri chiziqli bo'dishi va to'g'ri chiziq kordinata boshidan utishi kerak.

Odatda darajalash grafigi kamida 3 ta nuqta bo'yicha to'zilai, bu tekshirishning ishonchini aniq bo'lishini ta'minlaydi. Darajalash grafigi usulida modda miqdorini aniqlash 5-8 xil turli kohsentratsiyali standart eritmalar seriyasi tayyorlanadi. Standart eritmalar kohsentratsiyalari oralig'ini tanlashda shunga e'tibor berish kerakki tayyorlanadigan eritma tekshiriluvchi eritma kohsentratsiyalarining ihtimoliy o'rganish sohalarini qamrab oladigan bo'lishi va tekshirilayotgan eritmaning optik zichligim darajalash egri chizig'ining o'rtalariga mos kelishi maqsadga muvofiqdir.

Qo'shish usuli. Qo'shish usuli taqqoslash usulining bir turidir. Eritma kohsentratsiyasini bu usulda aniqlash tekshirilayotgan eritma bilan shu eritmaga aniqlanuvchi moddadan ma'lum miqdorda qo'shilgan eritmaning optik zichliklarini taqqoslashga asoslangan.

Usulning mohiyati qo'yidagidan iborat: avval tarkibida aniqlanuvchi komponent bor noma'lum kohsentratsiyali S_x aniqlanuvchi tekshirilayotgan eritmaning optik zichligi A_x da aniqlanadi, so'ngra eritmaga aniqlanayotgan komponentdan ma'lum miqdorda S_{st} qo'shiladi va optik zichlik A_{x+st} yana o'lchanadi.

Begona aralashmalarning halaqit beruvchi ta'sirini yo'qotish bir qator hollarda fotometrik aniqlash usulining to'g'riligini baholash uchun foydalaniladi. Bu usul rangli tekshiriluvchi va standart qo'shilgan eritmalarini fotometrlashda bir xil sharoitlar yaratish imkoniyatini beradi. Shuning uchun bu usuldan tug'ri elementlarning kam miqdorini begona moddalarning katta miqdorlari ishtirokida aniqlash, tuz eritmalarining tahlil qilishda foydalanish mumkin.

Differinsial fotometrik usuli-to'q rangli eritmalarini fotometrlashni differinsial fotometriya usulida muvoffaqiyat bilan amalga oshirish mumkin. Usulning mohiyati rangli tekshiriluvchi va standart eritmalarining optik zichliklari yutishi nolga teng bo'lgan toza erituvchinikiga nisbatan emas, balki elementning kohsentratsiyasi tekshirilayotgan eritmaniqiga yaqin bo'lgan rangli eritmasiga nisbatan o'lchanadi.

Ekstraksion fotometrik usullari-tahlilda keng foydalaniladi. Bunda ekstrakdagi tekshiriluvchi komponentni fotometrik usulda ham, boshqa har xil usullarda ham aniqlash mumkin. Bu usulning ba'zi bir guruhlaridan tekshirishning fotometrik usullarida yakunlash juda samarali bo'ladi va tekshirishning zaruriy tezligi hamda aniqligini ta'minlaydi. Ular ekstraksion fotometrik usullar deb ataladi. Ekstraksion

fotometrik usullarda metallarni aniqlash uchun turli xil ekstraksion sistemalardan foydalaniladi. Ular aniqlanuvchi komponentning kimyoviy tabiatiga, erigan moddalar tarkibiga va ekstraksiyalash sharoitiga bog'liq

ravishda tanlanadi.

Fotometrik tahlildagi xatoliklar-modda va eritmalarini murakkab ranglarini bir-birlarini qo‘shilib ketishidan hisob-kitoblar noto‘g‘ri chiqishi mumkin, ko‘pgina rangli birikmalar ko‘hsentratsiyasi vodorod ionini sezuvchan, shuning uchun ularning molyar ko‘hsentratsiyasini o‘zgaradi va kompleks hosil qilish jarayoni juda ko‘p hollarda fotometriyaning asosiy qonunidan chetga chiqishga olib keladi.

Eritmalar konsentratsiyasini fotometrik aniqlash usullari standart va tekshirilayotgan eritmalarining yorug‘likni yutishi yoki o‘tkazib yuborishini taqqoslashga asoslangan. Tekshirilayotgan eritma yorug‘likning yutilish darajasi fotokolorometrlar va spektrofotometrlar yordamida aniqlanadi. Standart va tekshirilayotgan rangli eritmalarining optik zichligini o‘lchash doimo taqqoslash eritmasiga nisbatan olib boriladi. Taqqoslash eritmasi (nol eritma) sifatida tarkibida aniqlanuvchi ion bilan rangli birikma hosil qiluvchi reagentdan tashqari barcha komponentlar bo‘ladigan tekshiriluvchi eritmaning bir qismida foydalanish mumkin.

Agar qo‘shiluvchi reagent va taqqoslash eritmasining barcha boshqa komponentlari ham rangsiz bo‘lsa va spektrning ko‘rinuvchi qismidagi nurlari yutmasa, taqqoslash eritmasi sifatida distillangan suvdan foydalanish mumkin.

Nazorat savollari

1. Fotometrik tahlil usuli nimani aniqlashga asoslangan?
2. Moddalarni fotometrik aniqlash usullari necha xil bo‘ladi?
3. Qo‘shish usuli qaysi usulning turiga kiradi?
4. Fotometrik tahlildagi xatoliklari qaysi holatda uchraydi?

23 - MA’RUZA. FOTOMETRIK O‘LCHASH TEXNIKASI VA ASBOBLARI

- Reja:**
1. Fotometrik o‘lchash texnikasi va asboblari.
 2. Moddalarni fotometrik aniqlash usullari.
 3. Fotokolorimetrik tahlil usuli.
 4. Fotometrik tahlildagi xatoliklar.

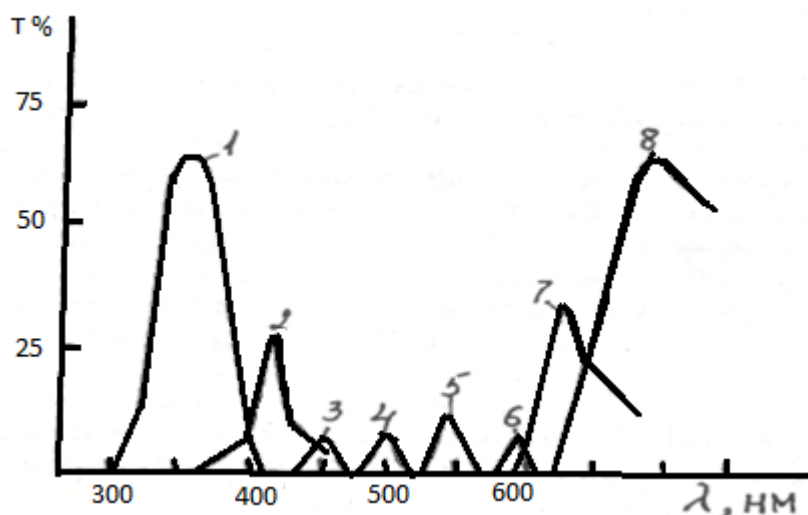
Fotometrik o‘lchash texnikasi va asboblari o‘uyidagilar kiradi:

- 1) fotokolorimetrlar;
- 2) fotoelementlar;
- 3) yorug'lik filtrlari;
- 4) kyuvetlar.

Fotokolorimetrik tahlil usuli. KFK, FEK-56M, FEK-56 tipdagi fotoelektrometrlarda 315-630 nm oralig'ida yorug'likni o'tkazish yoki optik zichligini o'lchashga va eritmadagi modda kohsentratsiyasini fotometrik usul-larda aniqlashga mo'ljallangan. Bu asboblarda emulsiyalar, suspenziyalar va kolloid eritmalarining o'tuvchi yorug'likning tarqatish intensivligini nisbiy o'lchash imkonini ham beradi.

Barcha fotometrik asboblarda nurning 100% dan 5% gacha o'tkazilishini ($A=0-1.3$) o'lchash mumkin, o'lchash shkalasining 5 dan 0.11% gacha ($A=1.3-3$) bo'lgan qismi taxminiy aniqlash uchun xizmat qiladi. Yorug'lik o'tkazishni o'lchashdagi asbobning mutloq xatoligi $T=1\%$ dan oshmaydi.

FEK-56M asboblarda yorug'lik manbai sifatida cho'g'lanish lampasi pH-35 (8V-35Vt) va quvvati 120 Vt li o'ta yuqori bosimli simob-kvars lampasi DRK-120 dan foydalaniladi, ular 315-630 nm oralig'ida ishlashga imkon beradi. Barcha asboblarda tor polosali yorug'lik filtrlari bilan ta'minlangan, bu filtrlarning spektral tavsifi 23.1-rasmda keltirilgan.



23.1-rasm. Yorug'lik filtrlarining spektral tavsifi:

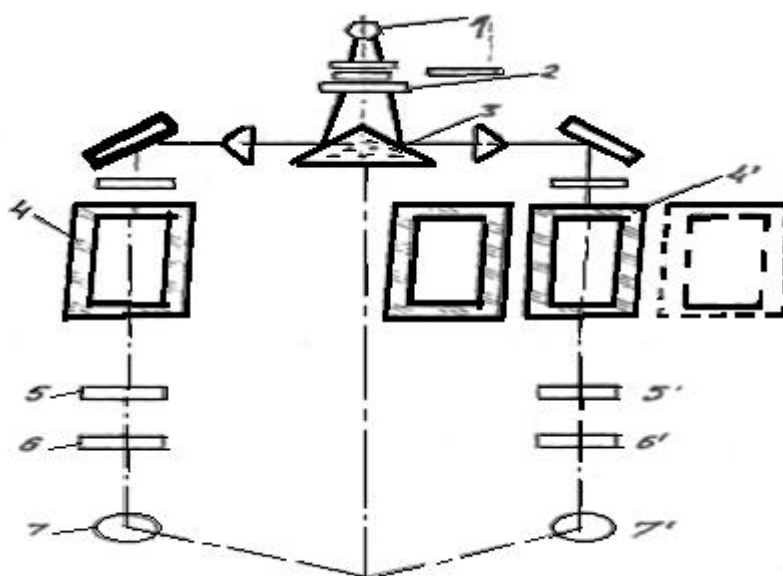
- 1-360 nm da maksimum;
- 2-415 nm da maksimum;
- 3-455 nm da maksimum;
- 4-500 nm da maksimum;
- 5-540 nm da maksimum;
- 6-580 nm da maksimum;
- 7-610 nm da maksimum;

8-660 nm da maksimum;

Yorug'lik manbai 1 dan chiqqan yorug'lik oqimi yorug'lik oqimi yorug'lik filtrlari 2 dan o'tib, prizma 3 ga tushadi. Unda oqim ikkita chap va o'ng tarmoqqa bo'linadi. So'ngra paralel oqimlar kyuvetlar 4-4¹ diafragmalar 5-6¹ dan o'tib, diferensial sxema bo'yicha doimiy tok kuchaytirgichi orqali mikroampermetrga ulangan fotoelement 7 ga tushadi.

Undagi yorug'lik oqimi ketma-ket erituvchi (yoki taqqoslash eritmasi) solingan kyuveta 4 ni yoki tekshiriluvchi eritmali kyuveta 4¹ ni kiritish mumkin.

KFK, FEK-56 va FEK-56M turidagi fotokolorometrlarning optik sxemasi 23.2-rasmda keltirilgan.



23.2-rasm. FEK-56M ning optik sxemasi

Yorug'likning o'ng oqimida joylashgan surilma diafragma 5 bilan fotoelementga tushuvchi yorug'lik oqimini qiymatini o'zgartiradi.

Har qanday modda eritmasidan nur o'tkazilganda uning yutilishi natijasida o'tgan nurning intensivligi kamayadi. Nur yutuvchi moddaning konsentratsiyasi qancha katta bo'lsa, intensivlik shuncha kamayadi.

Nur yutuvchi moddaning qatlamidan o'tgan yorug'lik intensivligining kamayishi bilan modda konsentratsiyasi va qatlamning qalinligi orasidagi bog'liqlikni Buger-Lambert-Ber qonuni ifodalaydi. Nurning aks etishi va tarqalishi hisobiga isrof bo'lishini e'tiborga olish uchun tekshiriluvchi eritma va toza erituvchidan o'tgan yorug'lik intensivligi taqqoslanadi. Bu qonunning tenglamasi quyidagicha:

$$\lg I_0/I = -\varepsilon \cdot c \cdot l \text{ yoki } \lg I_0/I = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

Bu yerda $\lg I_0/I$ eritmaning optik zichligi; ε - yorug'likning molyar yutilish ko'effitsiyenti; c tekshirilayotgan eritmaning molyar konsentratsiyasi; l eritma qatlamining qalinligi, sm.

Eritmaning optik zichligi A harfi bilan belgilanadi. Eritma qatlamining qalinligi 1 sm, konsentratsiyasi 1 mol/l bo'lganda molyar yutilish ko'effitsiyenti eritmaning optik zichligiga teng, ya'ni $A = \varepsilon$ bo'ladi.

Eritmaning optik zichligini aniqlash fotoelektrokolorimetrlar yordamida amalga oshiriladi. Undagi fotoelementning yoritilishi natijasida zanjirda hosil bo'lgan tokni galvanometr bilan o'lchash natijasida rangli eritmadan o'tgan nur intensivligi haqida xulosa chiqariladi.

Fotoelektrokolorimetrdan aniq natija olish uchun rangli eritmaga yutilayotgan nurning eng katta qiymatini olish maqsadga muvofiqdir. Shuning uchun ko'zga ko'rinadigan nurlar sohasidan ma'lum to'lqin uzunlikdagi nurlarni ajratib olish uchun yorug'lik oqimi yo'lga yorug'lik filtrlari o'rnatiladi. Buning uchun intensivligi eng katta bo'lgan rangli eritmadan qalinligi 1 sm li kyuvetaga solib, ketma-ket yorug'lik filtrlari kiritiladi, optik zichlikni taqqoslash eritmasi sifatida suv ishlatiladi.

Masalan FEK-56M fotoelektrokolorimetrida 9 ta filtr mavjud. Olingan ma'lumotlar jadvalga yoziladi va unga asosan darajalovchi grafik tuziladi, shunga ko'ra maksimumga to'g'ri keladigan yorug'lik filtri tanlanadi.

1-jadval

Yorug'lik filtrining nomeri	1	2	3	4	5	6	7	8	9
O'tkazuvchanligi, λ , nm	315	364	400	440	490	540	582	610	630
Optik zichligi, A									

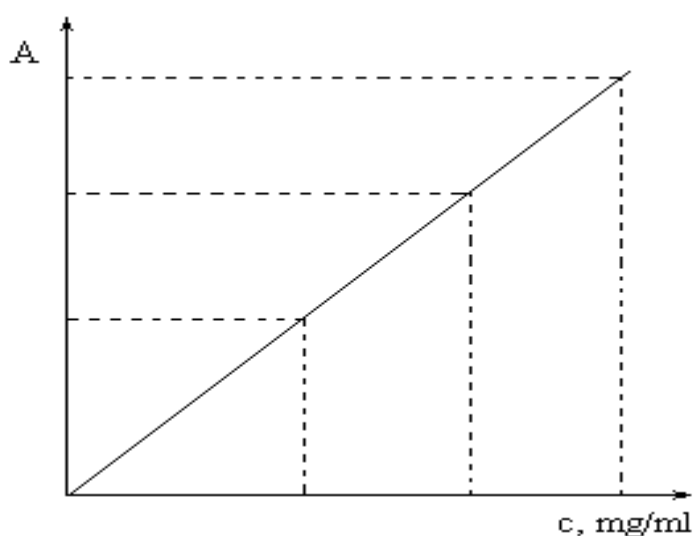
Tanlangan yorug'lik filtri bilan hamma standart rangli (kichikdan katta konsentratsiyali eritmalar tartibida) va tekshirilayotgan eritmalarining optik zichliklari suvga nisbatan aniqlanadi va olingan ma'lumotlar 1-jadval shaklida yoziladi. Shunga asosan graduirlangan (darajalangan) (23.3-rasm) grafik tuziladi va shu asosida tekshirilayotgan eritmaning tarkibidagi moddaning miqdori 2-jadvalda topiladi.

2-jadval

Standart eritmaning nomeri	1	2	3	4	5	6	7	Tekshirila- digan eritma
Ionning miqdori,								

mg/ml								
Optik zichlik								
A_1								
A_2								
A_3								
$A_{o'rt}$								

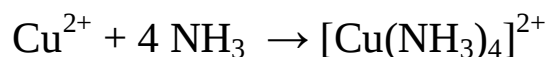
Ishning maqsadi. 1. Modda konsentratsiyasini aniqlashning fotometrik usuli bilan tanishish. 2. Optik zichlikning eritma konsentratsiyasiga bog'liqligini aniqlash.



23.3- rasm. Optik zichlikning modda konsentratsiyasiga bog'liqlik grafigi.

Eritmadagi Cu^{2+} va Fe^{2+} ionlarining miqdoini fotoelektrokolorimetr yordamida aniqlash

Ikki valentli mis tuzlariga mo'l miqdorda ammiak eritmasi ta'sir ettirilganda kompleks ion hosil bo'lishi hisobiga eritma to'q ko'k rangga kiradi:



Bu birikmaning nur yutish maksimumi 620 nm (qizil filtr) ga to'g'ri keladi. Fotometrik usulda eritmadagi mis ionlari miqdorini aniqlash uchun dastlab standart eritmalar tayyorlanib, ularning optik zichliklari grafigi chiziladi. Grafikdan foydalanib, noma'lum eritmaning tarkibidagi mis ionlari miqdorini eritmaning optik zichligini o'lchash yo'li bilan topish mumkin.

Kerakli asbobb va reaktivlar: Fotoelektrokolorimetr, 1 mg/ml konsentratsiyali mis ionlarini saqlagan standart eritma, 5 % li ammiak eritmasi, 100 ml sig‘imli o‘lchov kolbalari, byuretkalar, o‘lchov silindrlari.

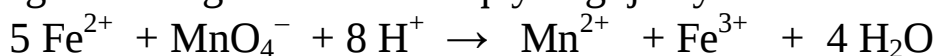
Ishning borishi; 6 ta 100 ml sig‘imli o‘lchov kolbalari olinib, har biriga tegishli 1, 3, 5, 7, 9, 10 ml dan standart eritmada quyib chiqiladi. Har qaysi kolbaga 25 ml dan ammiak eritmasi quyilib, kolbalarning o‘lchov chizig‘igacha distillangan suv solinadi. Eritmalarning optik zichligi fotoelektrokolorimetrdan uch martadan o‘lchanib, grafik chiziladi. O‘lchov ishlari 50 mm li kyuvetalarda, 620 nm to‘lqin uzunligidagi nurlar (qizil filtr) bilan olib boriladi.

1-tajriba. Noma‘lum konsentratsiyali eritmaning konsentratsiyasini aniqlash.

Konsentratsiyasi o‘lchanishi lozim bo‘lgan eritmada 100 ml sig‘imli o‘lchov kolbasiga 5 ml olinib, 25 ml ammiak, so‘ngra chizig‘igacha distillangan suv quyiladi va optik zichligi o‘lchanadi. To‘zilgan grafikdan foydalanib, eritmada mis ionlari miqdori topiladi.

2-tajriba. Eritmadagi temir ionlari (Fe^{2+}) miqdorini aniqlash.

Bu tajriba Fe^{2+} ionlari saqlagan eritmani kaliy permanganat eritmasi bilan titrlashga asoslangan. Titrlashda quyidagi jarayon sodir bo‘ladi:



Ikki valentli temir ionlari saqlagan eritma kaliy permanganat eritmasi bilan titrlanganda eritmada temir ionlari oksidlanib, tugagunicha rangsizligicha qolaveradi. Temir ionlari tugashi bilan eritma och pushti rangga o‘tadi. Ortiqcha olingan kaliy permanganat miqdorini aniqlab, sarflangan eritmada miqdordan ayirsak, reaksiyaga kirishgan miqdori kelib chiqadi. Undan foydalanib, eritmada Fe^{2+} ionlari miqdorini hisoblab topiladi.

Kerakli asbob va reaktivlar: Fotoelektrokolorimetr, 0,1 N KMnO_4 eritmasi, Mor to‘zining 0,01 N standart eritmasi, sulfat kislotaning 1:1 hajmiy nisbatdagi suvli eritmasi, 250 ml sig‘imli o‘lchov kolbalari, byuretkalar, pipetkalar, o‘lchov silindrlari.

Ishning borishi. KMnO_4 eritmasining konsentratsiyasini aniqlash.

Kaliy permanganatning 0,1 N eritmasini suyultirib 250 ml sig‘imli o‘lchov kolbasida 0,01 N konsentratsiyali eritma tayyorlanadi. Stakanga standart mor to‘zi eritmasidan 10 ml olinib, ustiga 5 ml sulfat kislota eritmasidan quyiladi va taxminan 50 ml gacha distillangan suv bilan suyultiriladi. Magnit aralashtirgich ishga tushirilib, fotoelektrokolorimetr 100% nur o‘tkazishga moslab sozlanadi. Yashil nur filtri yordamida (540 nm) 0,5-1,0 ml dan kaliy permanganat eritmasidan qo‘shish yo‘li bilan uch

parallel o'lchov o'tkaziladi. Eritmaning optik zichligi ortishi boshlanishi bilan aniq natija olish uchun kamida 5 ta nuqta olish lozim. Har bir titrlash uchun optik zichlik va titrant hajmi orasidagi bog'liqlik grafigi olinadi. Ikkita to'g'ri chiziqli maydonlarning kesishishidan sarflangan titrant hajmi topiladi. Tajribalarning natijalarini qo'shib 10 ml standart eritma uchun sarf bo'ladigan titrant hajmi topilgach quyidagi formula yordamida titrant konsentratsiyasi hisoblanadi:

$$C_N(KMnO_4) = \frac{C_N(Mor\ tuzi) \cdot V(Mor\ tuzi)}{V(KMnO_4)}$$

Konsentratsiyasi noma'lum eritmadagi Fe^{2+} ionlari miqdorini aniqlash

Konsentratsiyasi aniqlanishi kerak bo'lgan eritmadan 10 ml olinib, unga 5 ml sulfat kislota eritmasidan qo'shiladi va eritma 50 ml gacha distillangan suv bilan suyultiriladi. Magnit aralashtirgich ishga tushirilib, fotokolorimetr 100% nur o'tkazishga sozlanadi. Yashil nur filtri yordamida (540 nm) 0,5-1,0 ml dan kaliy permanganat eritmasidan qo'shish yo'li bilan eritma titrlanadi. Titrlash natijasida optik zichlik va titrant hajmi orasidagi bog'liqlik grafigi olinadi. Eritmadagi temir ionlari miqdori quyidagi formula bo'yicha hisoblab topiladi:

$$m(Fe^{2+}) = \frac{V(KMnO_4) \cdot M(Fe^{2+}) \cdot V(titr lanayotgan\ eritma)}{1000 \cdot V(Fe^{2+}\ saqlagan\ eritma\ hajmi)}$$

Nazorat savollari

1. Fotometrik o'lchash texnikasi va asboblari nimalar kiradi?
2. Moddalarni fotometrik aniqlash usullari nimaga asoslangan?
3. Fotokolorimetrik tahlil usulida nurning necha foizini o'tkazadi?

ADABIYOTLAR.

1. Хомченко Г.Ф., Хомченко И.Г.« Основы аналитический химии » М.:Г.Г.У., 2000.
2. Хомченко Г.Р., Хомченко.И.Г. Основы аналитический химии - М.:Г.У., 2000.
3. Крешков Г.Д. Основы аналитический химии - М.:Г.У., 2000.
- 4 Ляликов Г.Ф., Физико-химический метода анализа - М:Химия, 2000.
5. Миркомилова М. Аналитик кимё, - Т.: ТашДТУ, 2001.
6. Крешков .Г.Д. Основы аналитический химии. - М.:Г.У., 2002.
7. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б. Таҳлилнинг физика-кимёвий усуллари фанидан маърузалар тўплами, - Т.: ТошДТУ, 2000
8. http://www.servon_ru,
9. www.misis.ru.
- 10.<http://www.diztoplivo.ru>,
11. <http://ssau.saratov.ru>
12. www.edu.ru/db/portal/spe/index.htm.

MUNDARIJA

1-ma'ruza: Kirish. Fanning maqsadi, xususiyatlari, qo'llanilish sohalari.....	3
2-ma'ruza: Fizika-kimyoviy tahlilning nazariy asoslari. Tahlilda qo'llaniladigan reaksiyalar.....	6
3-ma'ruza. Reaksiyalarda kimyoviy muvozanat. Elektrolitlar va noelektrolitlar. Aktivlanish.....	12
4-ma'ruza: Analitik tahlilning umumiy sxemasi.....	16
5-ma'ruza: Sifat tahlilning maqsadi vazifalari va usullari.....	24
6-ma'ruza: Sifat tahlilning turlari, kimyoviy va fizikaviy usullari.	27
7-ma'ruza: Kasrli va tartibli tahlil. Ionlarni niqoblash va nikob-sizlantirish.....	31
8-ma'ruza: Asosiy komponentlarning sifat analitik reaksiyalari.	35
9-ma'ruza: Miqdoriy tahlil, miqdoriy tahlil usullari va klassifikatsiyasi.....	40
10-ma'ruza: Tahlilga yo'l qo'yiladigan xatoliklar sistematik va tasodifiy xatoliklar.....	44
11-ma'ruza: Asosiy fizika-kimyoviy tahlil usullari klassifikatsiyasi Ekvivalentlar qonuni.....	49
12-ma'ruza: Fizika - kimyoviy tahlilda kohsentratsiyani aniqlash usullari.....	54
13-ma'ruza: Gravimetrik tahlil. Gravimetrik tahlil mohiyati.....	57
14-ma'ruza: Elektrogravimetrik tahlil. Elektrogravimetrik tahlilning mohiyati. Elektroliz.....	62
15-ma'ruza: Optik tahlil usullari. Nefelometrik va turbidimetrik usullari.....	67
16-ma'ruza: Optik usullarning fizik mazmuni va optik tahlilda qo'llaniladigan asbob-uskunalar.....	70
17-ma'ruza: Hajmiy (titrimetrik) tahlil. Hajmiy tahlilning mohiyati.....	74
18-ma'ruza: Hajmiy tahlilda qo'llaniladigan reaksiyalarga qo'yiladigan talablar va tahlilning klassifikatsiyasi.....	78
19-ma'ruza: Xromatografik tahlil. Xromatografiya usulining umumiy xususiyatlari.....	84
20-ma'ruza: Cho'ktirish-kimyoviy analiz usul.....	88
21-ma'ruza: Kislotali asosli titrlash.....	95
22-ma'ruza: Fotometrik tahlil usuli va tahlildagi xatoliklar.....	104

23-ma'ruza: Fotometrik o'lchash texnikasi va asboblari	108
Adabiyotlar.....	115

Muharrir K.A.Sidiqova

Musahhih Sh.Adilxodjayeva