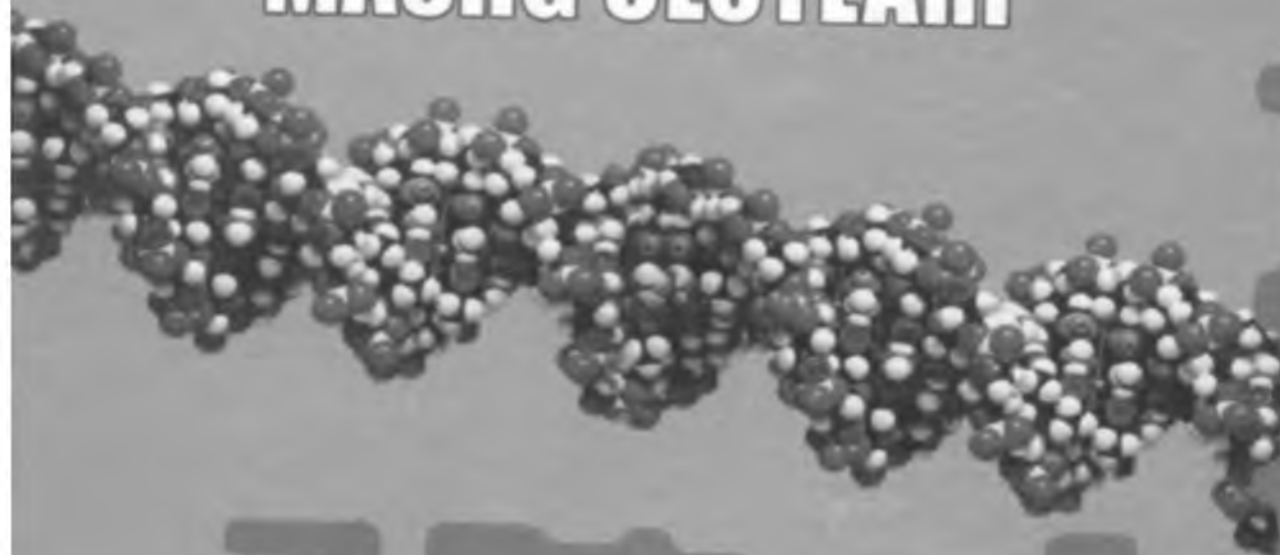


O.Fayzullayev, N.Turobov, E.Ro'ziyev,
A.Quvatov, N.Muhammadiyev

ANALITIK KIMYO



LABORATORIYA
MASHG'ULOTLARI



515
A-64

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O'RTA MAXSUS
TA'LIM VAZIRLIGI

O.FAYZULLAYEV, N.TUROBOV, E.RO'ZIYEV,
A.QUVATOV, N.MUHAMMADIYEV

ANALITIK KIMYO

AMALIY-LABORATORIYA
MASHG'ULOTLARI

*O'zbekiston Respublikasi Oliy va o'rta maxsus ta'lim vazirligi tomonidan
(5440400 — kimyo, 5420100 — biologiya, 5420200 — biokimyo, 5522900
— kimyoviy texnologiya va biotexnologiya, 5523000 — neft va neftni qayta
ishlash, 5523100 — sintetik va tabiiy yuqori molekulyar birikmalar
texnologiyasi, 5620100 — agrokimyoviy va tuproqshunoslik, 5850100 —
atrof-muhitni muhofaza qilish, 5850200 — ekologiya va tashiatdan
foydalanish) bakalavriat ta'lim yo'nalishi talabalari uchun analitik kimyo
fanidan o'quv qo'llanma sifatida tavsiya etilgan*

Toshkent
«Yangi asr avlodi»
2006

БИБЛИОТЕКА
Бух. ТПП и ЛП
№ 4246

Kitobda kimyoviy analiz usullari yordamida qilinadigan sifat va miqdor analizi usullarining amaliy asoslari, laboratoriya ishlarini bajarish texnikasi, usullari, yo'llari va tartibi hatafsil o'rganib chiqilgan. Sifat analizi usullari vodorod sulfidli va kislota-asosli klassifikatsiyalar negizida yoritilgan. Miqdor analizining gravimetrik va titrimetrik usullari bo'yicha dastur doirasida bajariladigan ishlar, ularni bajarish uchun zarur reaktiv va jihozlar, ishini bajarish tartibi, natijalarni hisoblash va taqdim etish usullari ko'rib chiqilgan. Olingan natijalarning matematik ishlash namunalari keltirilgan. Shuningdek, kitobda ayrim muhim organik moddalarning kimyoviy sifat va miqdor analizi usullari ham qisqacha bayon etilgan.

Kitob universitetlar va boshqa oliy o'quv yurtlarining talabalariga mo'ljallangan. Undan aspirant va o'qituvchilar, ishlab chiqarish korxonalarining laboratoriya xodimlari o'z faoliyatlarida foydalanishlari mumkin.

Ochildi Fayzullayevning umumiy tahriri ostida

Taqrizchilar

O.F.XODJAYEV,

O'zbekiston Milliy universiteti anorganik va analitik kimyo
kafedrası, kimyo fanlari doktori, professor

M.D. DAVRONOV,

Samarqand tibbiyot instituti, kimyo fanlari doktori, professor

E.ABDURAHMONOV,

Samarqand davlat universiteti, kimyo fanlari doktori

ISBN 5-633-01957-1

© O.Fayzullayev, N.Turobov, E.Ro'ziyev, A.Quvatov, N.Muhammadiyev.
«Analitik kimyo. Amaliy-laboratoriya mashg'ulotlari». «Yangi asr avlodi»
NMM, 2006-yil

SO'ZBOSHI

Analitik kimyo fan sifatida XVII asrdan buyon insonning hayotiy faoliyati uchun zarur bo'lgan xom ashyo, oraliq va oxirgi mahsulotlar, mehnat qurollari, oziq-ovqat, dori-darmon va boshqalarni tekshirish uchun foydalanib kelinadi. U hali fan sifatida shakllanishidan avval ham shu maqsadlarda keng qo'llanilgan. Kimyoning fan sifatida shakllanishi analitik kimyo bilan uzviy bog'liq. Chunki, inson o'z atrof-tevaragini o'rab olgan jism va moddalarni doimo bilishga intilgan. Binobarin, atrof-muhit obyektlari, tirik va o'lik olam kimyoviy moddalardan tashkil topgandir. Bu moddalarni bilib olish esa analitik kimyo usullari tufayligina amalga oshirilishi mumkin. Kimyoning (anorganik, organik, bioanorganik, bioorganik va boshqa) barcha tarmoqlarida oldindan ma'lum bo'lgan yoki yangi sintez qilingan moddalarni, ularning turli xossalaridan foydalangan holda, analitik kimyo usullari yordamida o'rganish mumkin. Biz o'tmishimizni ham analitik kimyo usullari tufayli bilib olishimiz mumkin. Arxeologik qazilmalardan topilgan ashyolar analitik kimyo usullari yordamida tekshirilib, ularning qaysi davrga xos ekanligi aniqlanadi va shu tariqa insoniyat o'sha davrda qanday hayot kechirganligi baholanadi.

Hozirgi analitik kimyo hal etadigan vazifalariga qarah tarkibiy qismlar analitik kimyosi, lokal-taqsimlanish analitik kimyosi, dinamik analitik kimyo va struktur analitik kimyoga bo'linadi. Tarkibiy qismlar analitik kimyosi, qisqacha aytganda, tekshiriladigan obyektlar qanday tarkibiy qismlardan: atomlar, izotoplar, atomlar guruhlari, ionlar, molekularlar, molekularlarning bo'laklari (funksional guruhlar) dan iboratligini topish va ularning miqdorlarini aniqlashga xizmat qiladi. Lokal-taqsimlanish analitik kimyosi u yoki bu obyekt tarkibiga kiruvchi tarkibiy qismlarning obyektidagi lokal-taqsimlanishini, ya'ni moddalarning obyektning tegishli joylaridagi sifat va miqdor tarkibini o'rganish maqsadida qo'llaniladi.

Zamonaviy ishlab chiqarish turli texnologik jarayonlarsiz bo'lmasligi aniq. Demak, texnologik jarayonlarni nazorat qilishda

dinamik analitik kimyo ishlatiladi. Tabiatdagi va sintez qilinayotgan yangi moddalar tarkibi sifat va miqdor jihatdan bir xil bo'lsa-da, ularning xossalari har xil bo'lishi bizga ma'lum. Buning sababini o'rganish uchun esa struktur analitik kimyodan foydalaniladi.

Bu vazifalarni hal etishda analitik kimyo turli xil usullardan, jumladan, kimyoviy, fizik, fizik-kimyoviy va biologik usullardan foydalanadi. Moddalarning kimyoviy xossalari asosida bajariladigan analiz usullari kimyoviy analiz usullari deb yuritiladi. Bunda moddalarning turli reaksiyalaridan foydalaniladi. Har qanday modda turli fizik xossalarga ega. Moddalarni fizik xossalari asosida bilib olish usullariga fizik usullar deyiladi. Kimyoviy reaksiyalar natijasida yangi moddalar hosil bo'ladi. Yangi moddalarning fizik xossalari oldingisidan farq qiladi. Moddalarning kimyoviy reaksiyalar natijasida o'zgaradigan fizik xossalarini tekshirish asosidagi usullar fizik-kimyoviy usullar deb yuritiladi. Hozirda bu usullar kimyoviy usullar qatoriga kiritilmoqda.

XX asrning 70-80-yillaridan boshlab biologik analiz usullari tezlik bilan rivojlanib bormoqda. Biologik analiz usullari moddalar, biologik turlar va ular organlarining turli xil xossalaridan foydalanadi. Masalan, biologik analiz inson, hayvon va hasharotlarning ta'm yoki hid bilish organlari yordamida amalga oshirilishi mumkin. Muhitning o'zgarishi bir biologik tur uchun maqsadga muvofiq bo'lsa, boshqasi uchun nomaqbuldir. Shu asosda mazkur muhitda tarqalgan u yoki bu modda haqida xulosa qilinadi.

Analiz usullari bajarilish texnikasiga ko'ra vizual (ko'z bilan kuzatiladigan) va instrumental usullarga bo'linadi. Instrumental usullarda turli fizik ashoablardan foydalaniladi.

Oliy o'quv yurtlarida asosan tarkibiy qismlar analitik kimyosining sifat va miqdor analizi, shuningdek, qisman lokal-taqsimlanish va struktur analitik kimyo usullari o'rganiladi. Sifat va miqdor analizi yuqorida aytib o'tilgan kimyoviy, fizik, fizik-kimyoviy usullar orqali amalga oshiriladi. Lokal-taqsimlanish analitik kimyo usullari orasida fizik usullarning o'zni beqiyosdir, chunki bu usullar obyektning turli qismlarini tanlab tekshirish imkonini beradi. Struktur analitik kimyo ham sifat va miqdor struktur analizga bo'linadi. Bunda u yoki bu funksional grupp, atom yoki ion moddaning qayerida joylashgani, gruppalarining turlari (sifat) va ularning qancha miqdorlarda joylashishi (miqdoriy) tekshiriladi. Struktur analitik kimyoni amalga

oshirishda asosan fizik usullar, qisman fizik-kimyoviy usullar (yarimstruktur analiz) qo'llaniladi.

Hozirgi vaqtda zamonaviy analitik kimyo yaratilish bosqichida bo'lganligi sababli unga bo'lgan munosabat ham turlichadir. Ishonamizki, yaqin kelajakda zamonaviy analitik kimyo fanining tuzilishi, obyektlari doirasi, asosiy usullari va ularning bajarilish tartibi ishlab chiqiladi. Bu fan kimyoviy fan bo'libgina qolmay, balki fanlararo yetakchi fan sifatida o'rin oladi.

Mazkur kitob «Analitik kimyo» darsligiga qo'shimcha bo'lib, u ikki qismdan iborat. Uning birinchi qismi kimyoviy, ikkinchi qismi fizik-kimyoviy va fizikaviy analiz usullariga bag'ishlangan.

Birinchi qismning IX bob (gravimetriya), 10.22-10.32 (dixromatometriya, bromatometriya, kompleksimetriya, merkurimetriya, ftorometriya va cho'ktirishga asoslangan titrlash usullari) O.Fayzullayev, I-VIII boblar O.Fayzullayev va E.Ro'ziyev, titrimetriyaning qolgan bo'limlari O.Fayzullayev va N.Turobovlar tomonidan yozilgan.

Ikkinchi qismning I-IV boblari O.Fayzullayev va N.Turobov, V-VII boblari O.Fayzullayev va A.Quvatov, VIII bobi O.Fayzullayev va N.Muhammadiyevlar tomonidan yozilgan.

Mualliflar ushbu kitobni oqib chiqib, qimmatli maslahatlarini bergan taqrizchilar professor O.F.Xodjayev, professor M.Davronov va k.f.d. E.Abdurahmonovga hamda uni tayyorlashda yordam bergan Samarqand davlat universiteti analitik kimyo kafedrası laborantlariga samimiy minnatdorchilik bildiradilar.

Mualliflar kitobxon va hamkasblarining kitobni yaxshilashga qaratilgan har bir fikr, mulohaza va takliflarini mamnuniyat bilan qabul qiladilar.

I QISM

I BOB

1. ANALITIK KIMYO LABORATORIYASIDA ISHLASH TEXNIKASI VA XAVFSIZLIGI QOIDALARI

Analitik kimyo laboratoriyasida laboratoriya mashg'ulotlarini bajarishga kirishishdan oldin, talaba kimyoviy tajribalarni o'tkazish texnikasi, asbob va jihozlar bilan ish bajarish xavfsizligi qoidalarini bilan tanishishi zarur. Bu qoidalarning eng muhimlari quyidagilardan iborat:

1. Laboratoriya ishini bajarishga kirishishdan oldin tavsiya etilgan qo'llanma va yo'riqlar asosida ishni bajarish texnikasi bilan tanishish.

2. Xavfsizlik texnikasi qoidalariga qat'iy amal qilish.

3. Dars davomida ish o'rni va laboratoriyaning tozaligi hamda tartib qoidalarining bajarilishini qat'iy ta'minlash.

4. Ish o'rnini turli buyumlar (sumka, kiyim, idishlar va boshqa ashyolar) bilan band qilmaslik.

5. Qo'llanilayotgan reaktivlarni ifloslantirmaslik, idishlarni ochiq qoldirmaslik. Reaktivlarni idishlardan ehtiyotlik bilan ifloslantirmay olish va foydalanish.

6. Zaharli gazlar va tutaydigan moddalar bilan bajariladigan ishlarni faqat mo'risi bo'lgan shkafda amalga oshirish.

7. Gaz, suv, elektr energiyasi va reaktivlardan tejamkorlik bilan foydalanish.

8. Ishlatilgan kislota, ishqor, qo'rg'oshin, kadmiy, simob va xrom (VI) birikmalari, sulfidlarning va boshqa zaharli moddalar eritmalarini va ularning qoldiqlarini rakovinaga to'kmasdan, balki maxsus ajratilgan idishlarga solish.

9. Faqat sozlangan gaz gorelklaridan foydalanish.

10. Laboratoriya ishlari bajarib bo'lingach, idishlarni yuvib, ish o'rnini tartibga keltirish hamda gaz va suv jo'mraklarini berkitish, elektr asboblarni o'chirish.

11. Laboratoriya ishlarini maxsus xalat kiygan holda bajarish.

Har bir talaba quyidagi talablar bilan tanish bo'lishi va ularni qat'iy bajarishi shart:

1. Kislota va ishqorlarning konsentrlangan eritmalaridan, xromli aralashmadan ehtiyotlik bilan foydalanish va ularning kiyim hamda teriga tomishidan saqlanish kerak.

2. Konsentrlangan sulfat kislotani suyultirganda uni suvga asta tomchilab qo'shish kerak, aks holda erish jarayonining ekzotermikligi tufayli eritma isib ketadi va kislota sachraydi.

3. Har qanday reaktiv eritmasini pipetka yordamida olish chog'ida uni og'iz bilan so'rib, to'ldirish man etiladi.

4. Ishqorlar eritmalarini tayyorlashda ularning kristallarini maxsus shpatel, chinni yoki shisha qoshiqchalar yordamida foydalanib olish kerak.

5. Zaharli va zararli moddalar (qo'rg'oshin, bariy, kadmiy, simob, mishyak, sianidlar, dixromatlar birikmalari va vodorod sulfid) bilan ishlaganda zaharlanishdan saqlanish kerak.

6. Analitik kimyo laboratoriyasida oziq-ovqat mahsulotlarini saqlash va uni tanovul qilish, laboratoriya krani jo'mragi va idishlaridan foydalanib suv ichish qat'iyman qilinadi.

7. Amaliy ishlar tugagach, qo'llarni yuvish kerak.

Kutilmagan hodisalardan saqlanish va birinchi tibbiy yordam ko'rsatish maqsadida analitik kimyo laboratoriyasida quyidagilar tayyor turishi kerak:

- toza momiq paxta, 90-95 % li etil spirti, 5 % li $KMnO_4$ eritmasi;

- $NaHCO_3$ ning 3 % li eritmasi (teriga konsentrlangan kislotalar to'kilganda kislotalarni neytrallashtirish uchun ishlatiladi);

- $NaHCO_3$ ning 1 % li eritmasi (suyultirilgan kislota ta'siridan kuyganda kuygan joy artiladi);

- CH_3COOH ning 1% li eritmasi (ishqor bilan zararlangan joy artiladi);

- limon yoki CH_3COOH 1 % li eritmasi (kislota ta'siridan og'iz bo'shlig'i yoki lab kuyganda o'simlik yog'ining suvli suspenziyasi: ishqor yoki NH_4OH bilan zararlanganda zararlangan joyni yuvish uchun ishlatiladi);

- yodning spirtidagi 10% li eritmasi yoki H_2O_2 ning 5% li eritmasi bilan (kesilgan joylar ehtiyotlik bilan artib-tozalanadi).

Analitik kimyo laboratoriyasida gaz gorelkasidan tashqari, turli elektr asboblardan foydalaniladi. Ular bilan ishlaganda yong'inga qarshi choralar ko'rib qo'yish kerak bo'ladi. Bunday choralar quyidagilardan iborat:

1. Yonib turgan gaz gorelkasi yoki tokka ulangan elektr asbobini qarovsiz qoldirish man etiladi.

2. Yong'in chiqqudek bo'lsa, rubilnik tokdan ajratiladi, gazning jo'mragi yopiladi, alangaga qum sepiladi.

3. Agar jabrlangan kishining kiyimi yonsa, kigizga o'raladi va ustidan suv quyiladi.

4. Mabodo binoning ichida gaz hidi sezilsa, o't yoqish yoki elektr asboblarni tokka ulash man qilinadi.

5. Yonuvchan suyuqliklar to'kilgan bo'lsa, gorelka va elektr isitish asboblari o'chiriladi va suyuqlik tozalab olinadi.

Laboratoriya jurnali. Analitik kimyo laboratoriyalarida ishlash jarayonida barcha kuzatishlarning natijalari va olingan qiymatlar laboratoriya jurnaliga muntazam yozib borilishi kerak. Laboratoriya jurnaliga sifat analiziga doir yozuvlarni quyidagi tartibda (1.1-jadval) kiritish tavsiya etiladi.

1.1-jadval

Laboratoriya jurnalini yuritish tartibi

Modda (ion)	Reagent	Analitik reaksiyaning molekulyar va ionli tenglamasi	Analitik xulosa
K ⁺	NaHC ₂ H ₃ O ₂	$KCl + NaHC_2H_3O_2 \rightarrow KHC_2H_3O_2 \downarrow + NaCl$ $K^+ + HC_2H_3O_2 \rightarrow KHC_2H_3O_2 \downarrow$ $KHC_2H_3O_2 + HCl \rightarrow H_2C_2H_3O_2 + KCl$ $KHC_2H_3O_2 + NaOH \rightarrow H_2O + KNaC_2H_3O_2$	Oq kaliy gidrotartarat cho'kmasi. Issiq suv, mineral kislotalar va ishqorlarda eriydi. sirkas kislotada erimaydi

1.2-jadval

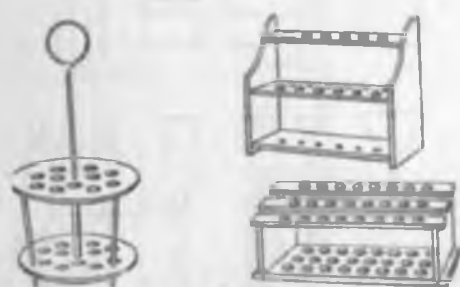
aniqlash natijalari

Olingan natijalar	Parallel tajribalar soni	O'rtacha qiymat	Standart chetlashish	Xato, %
1,2410 1,2406 1,2405 1,2404	4	1,2406	0,0005	0,13

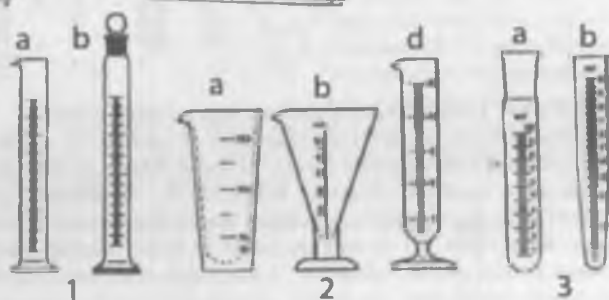
Nazorat topshiriqlari analiz bayonnomasiga dastlabki kuzatishlar, sistematik tahlilning borishi, tahlil natijalaridan chiqarilgan xulosa va analitik reaksiya tenglamalari ketma-ket, jadvalsiz umumiy tarzda yozilishi mumkin. Bu yozuvlar talaba va o'qituvchi imzosi bilan tasdiqlanadi.

Miqdoriy analizda laboratoriya jurnalida mavzu, ishning borishi, kimyoviy tenglama va hisoblashlar, analiz natijalarini matematik ishlash qiymatlari tarzida (1.2-jadval) keltiriladi.

1.1. Laboratoriya ishlarini bajarish texnikasi va unda ishlatiladigan asboblari

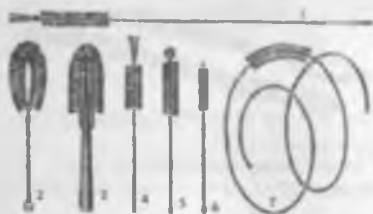


1.1-rasm. Yarimmikroanalizda ishlatiladigan probirka shtativlari



1.2-rasm. O'lchov silindrlari:

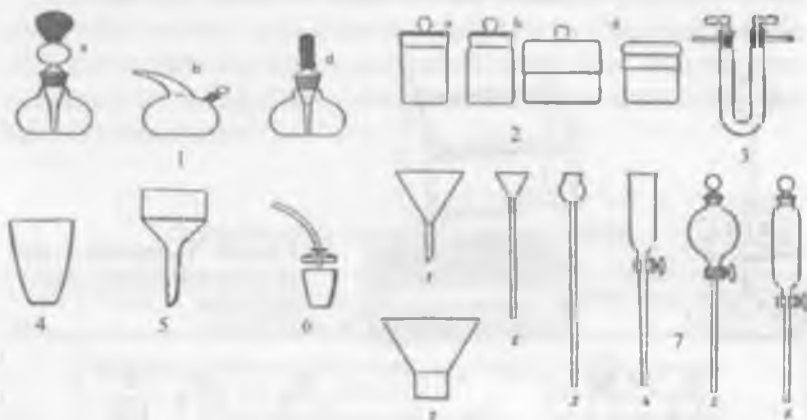
(1: a-jo'mrakli; b-shlifli), menzurkalari (2: a-oyoqchasiz; b-oyoqchali, konussimon; d-oyoqchali, silindrik) va probirkalari (3: a-shlifli; b-konussimon)



1.3-rasm. Idishlarni yuvish uchun yorshlar: 1-byuretk va menzurkalar uchun; 2-kolba, stakan va hovonchalar uchun; 3-katta idishlar uchun; 4,5-probirkalar uchun; 6-tor naylar uchun; 7-yo'g'on uzun naylar uchun



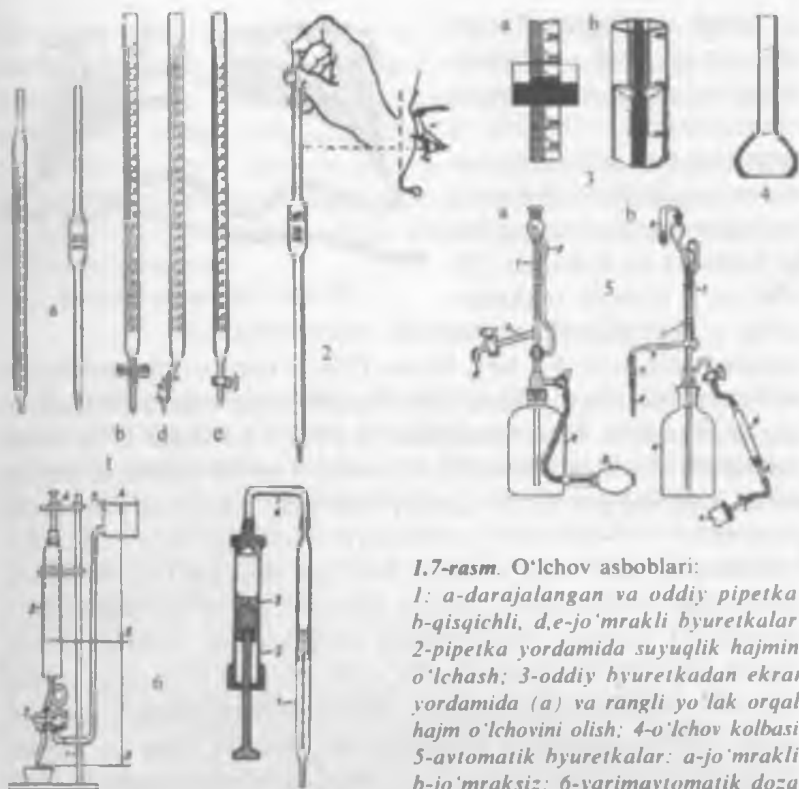
1.4-rasm. Chinni kosa-chalar (1), qopqoqli chinni tigeli (2) va chinni dastali hovoncha (3)



1.5-rasm. Laboratoriyada ishlatiladigan tomizg'ichlar: (1: a-ko'p martalik; b-tumshuqli; d-bir martalik), byukslar (2: a-ichki shlifli qopqoq va b,d-tashqi shlifli qopqoq bilan), U-simon kalsiy xloridli nay (3), tubi to'rsimon Guch tigeli (4), Byuxner voronkasi (5), moddalarni qizdirish, suyuqlantirish va kuydirishda ajraladigan moddalarni yuttirish uchun ishlatiladigan Roze tigeli (6) va voronkalar (7: 1-oddiy filtrlash voronkasi; 2-uzun nayli titrant quyish voronkasi; 3-sharsimon uzun nayli voronka; 4,5-tomchilash voronkalari; 6-ajratish voronkasi; 7-yo'g'on qisqa uchli voronka)



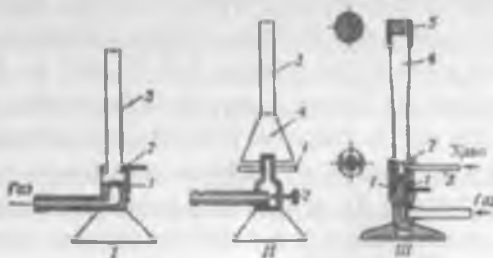
1.6-rasm. Probirka ushlagich (1) va quruq reaktivlar uchun qoshiq va shpatel (2)



1,7-rasm. O'lchov asboblari:

1: a-darajalangan va oddiy pipetka;
b-gisqichli, d,e-jo'mrakli hyuretkalar;
2-pipetka yordamida suyuqlik hajmini
o'lchash; 3-oddiy hyuretkadan ekran
yordamida (a) va rangli yo lak orqali
hajm o'lchovini olish; 4-o'lchov kolbasi;
5-avtomatik hyuretkalar: a-jo'mrakli,
b-jo'mraksiz; 6-yarimavtomatik doza-
tor: 1-shativ; 2-ikki yo 'lli jo'mrak; 3-

shisha shpriits; 4-qisish vinti; 5-rezervuar; AV-shpriitsni to'ldirish uchun gidrostatik
ustun; BV-shpriits bo'shatish ustuni; 7-pnevmatik pipetka; 1-shisha pipetka; 2-
shpriits; 3-moy qatlami; 4-rezina nay



1.8-rasm Laboratoriya gorelkalari:

1: 1-havoni silindrsimon kiritish qurilmasi; 2-aralashtirish kamerasi; 3-injektor.

11: 1-havoni kiritishning vintli qurilmasi:

2-gaz kirishini boshqarish vinti; 3-injektor; 4-aralashtirish kamerasi, III:

1-shi; 2-aralashtirish kamerasi; 3-havoni majburiy kiritish nayi; 4-injektor; 5-to'rtli boshcha

Asbob va idishlar. Yarim-mikroanaliz usuli yordamida bajariladigan *sifat analizda* reaksiyalarni o'tkazish va sentrifugalash uchun konusimon probirkalar (4-6 sm³); eritmalarni saqlash uchun har xil kolbalar va stakanlar (50-100 sm³); tomchi reaksiyalarini o'tkazish uchun soat



1.9-rasm. Himoya ko'zoynagi

oynalari (diametri 4-6 sm), shisha (25x75 mm) va chuqurchalari bo'lgan chinni plastinkalar, filtr va gazeta qog'ozlari; eritmalarni bug'latish uchun chinni kosachalar (6-10 sm³; 1.4-rasm: 1) va chinni tigellar (5-10 sm³; 1.4-rasm: 2, 1.5-rasm: 4 va 6); idishlarni yuvish uchun ishlatiladigan distillangan suv solingan shisha yoki plastmassa yuvgichlar (100-250 sm³); eritmalarni aralashtirish va cho'kma tushishini tezlashtirish (probirka devoriga ishqalash) uchun shisha tayoqchalar; probirkalar va boshqa idishlarni yuvishda ishlatiladigan yorshlar (1.3-rasm), cho'kmalarni eritmalardan ajratish uchun sentrifuga, mikrokristalloskopik reaksiyalarni o'tkazish uchun mikroskop va shisha plastinkalari; idishlarni va moddalarni quritish uchun quritish shkaflari; zaharli gazlar chiqishi bilan boradigan reaksiyalarni o'tkazish uchun mo'rili shkafl, reaktivlarni saqlash uchun maxsus shtativga o'rnatilgan tomizg'ichli sklyankachalar ishlatiladi. Modda va eritmalarni qizdirish uchun suv, moy va havo hammomlari, elektr plita va gaz gorelkalari (1.8-rasm) dan foydalaniladi.

Miqdoriy analizda eritmalar tayyorlash uchun hajmlari 50, 100, 200, 250, 500 va 1000 sm³ bo'lgan o'lchov kolbalar (1.7-rasm: 4); alikvot qismlar olish uchun o'lchov (10-25 sm³) va darajalangan pipetkalar (1-10 sm³) (1.7-rasm: 1, a va 2), titrlash uchun konusimon kolbalar (100-200 sm³) va stakanlar (50-500 sm³); filtrlash, eritmalarni byuretkalarga solish hamda suyuqliklarni tomizish va ajratish uchun voronkalar (1.5-rasm: 7); eritmalarni tomchilab qo'shish uchun pipetkalar va tomizg'ichlar (1.5-rasm: 1); namuna olish va tortish uchun soat oynalari va byukslar (1.5-rasm: 2), moddalarni maydalash uchun dastali hovonchalar (1.4-rasm: 3); namunalarni quritish va kuydirish uchun chinni kosacha va tigellar (1.4-rasm: 1 va 2); quritilgan va kuydirilgan namunalarni saqlash va sovitish uchun eksikatorlar, titrlash va alikvot qismlar olish uchun byuretkalar va

dozatorlar (1.7-rasm: 1-b, d, e va 5); turli markadagi analitik va texnik tarozilar, kuydirish shkafi va boshqalar talab etiladi. Moddalarni cho'ktirish vaqtida aralashtirib turish uchun shisha tayoqchalar uchiga rezina kiydiriladi.

Analitik kimyo laboratoriyasida reaktivlar kam miqdorlarda qo'ng'ir rangli shisha sklyankalar va kolbalarda saqlanadi.

Ayrim xavfli reaktivlar bilan ishlashda himoya ko'zoynaklari (1.9-rasm) taqiladi.

1.2. Laboratoriya idishlarining tozaligi

Bu analitik kimyoda muhim ahamiyatga ega. Analizni boshlashdan oldin laboratoriya idishlari yaxshilab, astoydil yuvilishi kerak. Laboratoriya idishlarini yuvish uchun ishlatiladigan xromli aralashma 20-30 g kaliy yoki natriy dixromatni 10 sm³ konsentrlangan sulfat kislotada eritish orqali tayyorlanadi. U juda kuchli oksidlovchi bo'lganligi uchun idishlarni yaxshi tozalaydi. Agar idishda oldin qanday modda saqlanganligi noma'lum bo'lsa, idishni suv bilan astoydil yuvgandan keyin xromli aralashma bilan yuvish tavsiya qilinadi, aks holda ayrim organik moddalar bilan xromli aralashmaning o'zaro ta'sirlanishi natijasida portlash ro'y berishi mumkin. Xromli aralashmaning rangi yashil bo'lib qolgan bo'lsa, u yuvish uchun yaroqsizdir. Xromli aralashma ishlatilib bo'lingach, maxsus idishga solib qo'yilishi kerak, tarkibida kuchli kislotalar bo'lgan eritmalarni rakovinaga to'kish qat'iy man qilinadi. Laboratoriyada ishlatiladigan ayrim idishlar shlifli bo'ladi. Shlifni benzin, benzol, uglerod (IV) xlorid va boshqa organik suyuqliklar yordamida tozalashi mumkin. Ayrim idishlarni tozalash uchun unga EDTAning 0,0004 M, pH=12 bo'lgan ishqorli eritmasidan foydalanish mumkin. Buning uchun idish shu eritma bilan to'ldirilib, 10-15 daqiqa saqlanadi. So'ngra idishdagi eritma to'kib tashlanib, oldin suyultirilgan HCl eritmasi, keyin esa kamida uch marta distillangan suv bilan chayiladi.

Tozalab yuvilgan idishlar quritish taxtasi yoki shkafida quritiladi. O'lchov idishlarini quritish uchun idishlar orqali toza va quruq havo o'tkaziladi.

Reaktivlar. Kimyo laboratoriyasida ishlatiladigan reaktivlar muayyan tozalik darajasiga ega bo'lishi kerak. Analitik kimyo laboratoriyalarida tozalik darajasi yuqori bo'lgan «alohida toza», «kimyoviy toza», «analiz uchun toza» reaktivlar ishlatiladi. Ayrim hollarda tozalik darajasi pastroq bo'lgan «toza» va «texnik» reaktivlar

ham ishlatilishi mumkin. Bu reaktivlar tarkibida ko'plab kirishmalar va begona aralashmalar bo'ladi. Shuning uchun ham bunday reaktivlarni ishlatishdan oldin maxsus usullar yordamida ularni tozalash tavsiya qilinadi. Laboratoriya sharoitida saqlanadigan reaktivlar miqdori ko'p bo'lmazligi kerak. Odatda laboratoriyada reaktivlar 20-30 g dan ortiq saqlanmaydi. Reaktivlar saqlanadigan idishlarning yorlig'i bo'lishi shart. Reaktiv idishi yorlig'ida moddaning nomi va kimyoviy formulasi, uning tozalik darajasi ko'rsatilgan bo'lishi kerak.

1.3. Ayrim amallarni bajarish texnikasi

Ko'pchilik reaksiyalarni o'tkazishda eritmalar *qizdirish* talab qilinadi. Kichikroq probirkalardagi eritmalar suv hammomida qizdiriladi. Suv hammomi o'rnida hajmi taxminan 200 ml bo'lgan, 4-5 ta probirka o'rnatishga mo'ljallangan, teshikli qopqoq bilan jihozlangan, issiqlikka chidamli shisha stakandan ham foydalanish mumkin. Ayrim hollarda probirkadagi eritmalar *gaz gorelkasining* (1.8-rasm) past alangasida qizdirish mumkin; ammo bunda suyuqlikning sachrashidan ehtiyot bo'lish kerak. Probirka maxsus ushlagich (1.6-rasm: 1) yordamida ushlanadi. Suyuqliklarni bug'latishda qum hammomidan foydalanish yanada qulay. Agar erituvchi bug'latilganda ajralgan qoldiqni yana qizdirish talab qilinsa, chinni kosacha maxsus tutqich bilan ushlanib, shtativga o'rnatiladi va *gaz gorelkasining* rangsiz alangasida qizdiriladi.

Cho'ktirish reaksiyalari, odatda, maxsus sentrifuga probirkalarida o'tkaziladi. Buning uchun sentrifuga probirkasiga tekshiriladigan eritmadan bir necha tomchi solinib, unga bir necha tomchi reagent qo'shiladi va aralashtiriladi. Ionlarni ajratish vaqtida to'la cho'kishni tekshirish zarur. To'la cho'kishni tekshirish uchun cho'kma ustidagi tiniq eritmaga reagentdan tomiziladi. Agar tomchi tushgan joyda loyqalanish (cho'kma) hosil bo'lmasa, demak, to'la cho'kishga erishilgan hisoblanadi. Aks holda cho'ktirish davom ettiriladi. Cho'kmani eritmadan ajratish uchun sentrifuganing qarama-qarshi tomonlaridagi patronlariga bir xil hajmli eritmalar bo'lgan probirkalar o'rnatiladi. Agar bitta probirkadagi cho'kmani eritmadan ajratish talab qilinsa, sentrifuganing ikkinchi tomonidagi qarama-qarshi patronga tekshiriladigan eritmali probirkadagi eritmaga teng hajmda suv solingan probirka o'rnatiladi. Shunday qilinmasdan sentrifuga aylantirilsa, kuchli tebranish tufayli sentrifuganing o'qi qiyshayadi va u ishdan chiqishi

yoki sekin aylanishi mumkin. 1-2 daqiqa aylantirilgandan so'ng sentrifuga tokdan uziladi. Sentrifugaga joylashtirilgan har bir talabaniq probirkasiga alohida belgi qo'yilgan bo'lishi kerak.

***Diqqat!** Aylanib turgan sentrifugani qo'l yoki biror narsa bilan to'xtatish qat'iyan mun qilinadi.*

Tomchi reaksiyalari. Analizning yarim mikrousulida asosan tomchi reaksiyalaridan foydalaniladi. Bunday reaksiyalar uchun eritmalar kam miqdorda sarflanadi. Sezuvchanligi yuqori bo'lgan reaksiyalar ionlarning juda kam miqdorlarini topishga imkon beradi. Tomchi reaksiyasini shisha yoki chinni plastinka, soat oynasi yoki filtr qog'ozi ustida o'tkazish mumkin. Buning uchun plastinka yoki qog'ozga 1-2 tomchi tekshiriladigan eritma va aniqlanadigan modda bilan ta'sirlashib, rangli birikma yoki kristall hosil qiluvchi reagentdan 1-2 tomchi qo'shiladi. Reaksiya filtr qog'ozida o'tkazilganda aralashma bir necha iondan iborat bo'lsa, hosil bo'lgan cho'kmalarning turlicha adsorbiyanishi natijasida ular qog'ozda muayyan zonalarga ajralishi mumkin. Tomchi reaksiyasini o'tkazishda oq lentali filtr qog'ozdan foydalanish maqsadga muvofiq.

Mikrokristalloskopik reaksiyalar. Mikrokristalloskopik reaksiyani shisha plastinkalarda o'tkazish mumkin. Buning uchun tekshiriladigan eritmadan kapillar yoki pipetka yordamida bir necha tomchi shisha plastinkaga tomiziladi. Uning yoniga 1-2 tomchi reagent tomizilib, ikkala eritma shisha tayoqcha yordamida asta qo'shiladi. Natijada hosil bo'lgan kristallar mikroskop ostida kuzatilib, tegishli xulosa chiqariladi.

Probirkada o'tkaziladigan reaksiyalarni bajarish (ho'l usul) uchun probirkaga tekshiriladigan eritmadan 2-3 tomchi va 3-4 tomchi reagent, zarur hollarda boshqa modda eritmasidan ham 1-2 tomchi qo'shiladi. 1-2 daqiqa o'tgach reaksiya natijasini kuzatish mumkin. Reaksiya cho'kma hosil bo'lishi bilan kechsa, unda hosil bo'lgan cho'kmaning xossalari o'rganiladi. Buning uchun esa cho'kma ustidagi eritmasi bilan bir necha probirkaga bo'lib solinadi. Cho'kmaga kuchsiz kislota, kuchli kislota, ishqor, ortiqcha cho'ktiruvchi va boshqalarning ta'siri o'rganiladi.

Moddalar kukunlarini ishqalash reaksiyalari (quruq usul) tekshiriladigan moddani va reagentni hovonchada (1.4-rasm: 3) ezish orqali amalga oshiriladi. Bunda qattiq kukunlarning o'zaro ta'sirlashishi natijasida rang paydo bo'lishi, o'zgarishi yoki yo'qolishiga qarab obyektning tarkibi to'g'risida taxminiy xulosaga

kelinadi. Bu usul geologik qidiruv ishlarida eng qulay bo'lib, u oz miqdordagi quruq reaktivlarni olib yurish qiyin emasligiga asoslangan. Tekshirilayotgan obyekt to'g'risida so'nggi xulosa geologik qidiruv ishlari bilan shug'ullanuvchi tashkilotlarning maxsus laboratoriyalarida bajariladi va ana shu natijalarga tayangan holda u yoki bu konni ochish, uni boyitish va boshqa masalalar hal qilinadi. Bu reaksiyalar ko'pincha atmosferadagi namlik yoki reagentdagi kristallizatsiya suvi ishtirokida o'tganligi uchun uni faqat shartli ravishdagina quruq usul deb yuritish qabul qilingan. Quruq usullarga alanga rangining bo'yalishi, rangli marvaridlarning hosil qilinishi singari usullar ham kiradi.

Alanga rangining bo'yalishi. Namuna tarkibidagi ionlarni topish uchun alanga rangining bo'yalishi tekshiriladi. Alanga rangining bo'yashini tekshirish uchun shisha nayga o'rnatilgan platina yoki nixrom simidan foydalaniladi. Tegishli sim oldin xlorid kislota eritmasiga botirilib, so'ngra alangada qizdirib tozalanadi. Tozalangan sim tekshiriladigan modda yoki uning eritmasiga tushirilgandan keyin alanga ustiga qo'yiladi. Bunda rangsiz alanga tegishli ionga xos bo'lgan rangga kiradi. Ayrim ionlar ishtirokida hosil bo'ladigan alanga rangi quyidagi 1.3-jadvalda keltirilgan.

1.3-jadval

Ayrim ionlarning alanga rangini bo'yashi

Ion	Alanga rangi	Ion	Alanga rangi
Li ⁺	Qizil-qo'ng'ir	Al ³⁺	Och-ko'k
Na ⁺	Sariq	B ³⁺	Yashil
K ⁺	Binafsha	Cu ²⁺	Yashil
Sr ²⁺	Binafsha	Sb ³⁺	Och-ko'k
Ba ²⁺	Yashil-sariq	Pb ²⁺	Och-ko'k

Rangli marvaridlar hosil qilish uchun $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, Na_2CO_3 yoki K_2CO_3 va $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ishtirokida tekshiriladigan modda qizdiriladi.

II BOB

2. SIFAT ANALIZI

Analitik kimyo moddalarni analiz (tahlil) qilish usullari haqidagi fan bo'lib, u sifat, miqdor, struktur va dinamik analizlarni o'z ichiga oladi. Kimyoviy analiz usullari kimyoviy reaksiyalarga asoslanadi. Reaksiyalar asosan eritmalarda o'tkaziladi. Har qanday analiz samarani yuzaga keltiruvchi kimyoviy reaksiya *analitik reaksiya*, qo'llanilayotgan reagent esa *analitik reagent* deyiladi.

Analitik reaksiyalar ishlatiladigan modda miqdoriga ko'ra makro, mikro, yarimmikro va ultramikrousullarga bo'linadi. Makrousulda 0,1-1 g quruq modda yoki tarkibida shuncha modda bo'lgan 20-50 ml hajmli eritma olinadi. Mikrousulda 0,01 g quruq modda yoki 0,01 ml eritma tekshiriladi. Yarimmikrousulda 0,01-0,1 g quruq modda yoki 0,1 ml eritma analiz qilinadi. Ultramikrousulda esa tekshiriladigan moddaning miqdori juda kam bo'lib, $1 \cdot 10^{-4}$ - 10^{-12} g ni tashkil etadi.

Ushbu o'quv qo'llanmada, asosan, yarimmikrousul bilan bajariladigan analitik reaksiyalar keltirilgan.

Analitik reaksiyalar *umumiy va xususiy reaksiyalarga* bo'linadi. Qo'llanilgan reagentlar esa birinchi holda *gruppa reagent*, ikkinchi holda esa *xususiy reagent* deb ataladi. Analitik reaksiyalar «quruq» va «ho'l» usullarda o'tkaziladi. Quruq usulda tekshirilayotgan modda ham, reagent ham qattiq holda bo'ladi, olingan modda bilan reagentni yuqori haroratgacha qizdirish yoki quruq moddalarni ishqalash yo'li bilan reaksiyalar amalga oshiriladi. Ho'l usuldagi analitik reaksiyalar eritmalarda (ko'pincha suvda) o'tkaziladi. Sifat analizi biror ionni aniqlashga kirishishdan oldin tanlangan reaksiyaning sezuvchanligi va tanlab ta'sir etish xususiyatiga e'tibor beriladi. Faqat kamroq sondagi ionlar bilan bo'ladigan analitik reaksiyalar *tanlab ta'sir etuvchi* yoki *selektiv reaksiyalar* hisoblanadi. Selektiv o'ziga xos, (spesifik) reaksiyalar yordamida eritmaning ayrim ulushlaridan o'tkaziladigan analiz *bo'lib-bo'lib*, xalaqit beruvchi ionlarni ketma-ket ajratib bajariladigan analiz, *sistematik analiz* hisoblanadi. Sistematik analizda ta'sir etuvchi reagent turiga qarab ionlar *vodorod sulfidli, kislota-asosli, ammiak-fosfatli* va boshqa usullarga bo'linadi. Kationlarning alohida gruppalariga ajralishi ularning *gruppa reagentlariga bo'lgan munosabatiga asoslangan*

Barcha klassifikatsiyalarda grupp reagentiga quyidagi talablar qo'yiladi:

1. Grupp reagenti shu gruppaga oid barcha ionlarni amaliy jihatdan to'liq cho'ktirishi (cho'ktirishdan keyin eritmada qolgan ionlar miqdori 10^{-6} mol/l dan oshmasligi) kerak.

2. Analizning keyingi bosqichlarini o'tkazish uchun hosil bo'lgan cho'kma birorerituvchida (kislota, ishqor va hokazo) oson erishi zarur.

3. Gruppaning barcha ionlari cho'ktirilgach, eritmada ortib qolgan grupp reagenti eritmada boshqa ionlarning topilishiga xalaqit bermasligi lozim.

Barcha klassifikatsiyalarda grupp reagentiga ega bo'lmagan kationlar (Li^+ , Na^+ , K^+) mavjud. Bu kationlarning elektr manfiylik qiymatlari past bo'lib, ular davriy sistema birinchi gruppaning asosiy gruppachasida joylashgan. Hamma klassifikatsiyalarda ham sulfat kislota, ammoniy karbonat, ammiak ishtirokida Na_2HPO_4 bilan cho'kadigan kationlar (Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}) bor.

Kationlar klassifikatsiyalarining barchasida amfoterlik xossalriga ega bo'lgan kationlar (Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , As^{3+} , As^{5+} va boshqa) ajratiladi.

Ionlar aralashmasini analiz qilish uchun vodorod sulfidli klassifikatsiya amaliyotda eng ko'p qo'llaniladi. Bunga sabab, uning ancha takomillashgan sxemaga egaligidir.

2.1. Vodorod sulfidli klassifikatsiya

Vodorod sulfidli klassifikatsiya 1871-yilda N.A.Menshutkin tomonidan tavsiya etilgan edi. Bu klassifikatsiya bo'yicha kationlar besh gruppaga, anionlar 2 yoki uch gruppaga bo'linadi. Anionlarning gruppalariga ajratilishi ko'pincha shartlidir.

Kationlarning sinflanishi:

Birinchi analitik grupp kationlariga umumiy grupp reagenti bo'lmagan NH_4^+ , K^+ , Na^+ , Li^+ , Mg^{2+} , Rb^+ , Cs^+ , Fr^+ kationlar kiradi. Ushbu kationlarning ko'pchilik tuzlari suvda yaxshi eriydi. Boshqa gruppalar kationlari K^+ , Na^+ , Mg^{2+} kationlarini topishga xalaqit bergani uchun sistematik analizda ular eritmada boshqa barcha kationlar ajratilgan yoki yo'qotilgandan keyin topiladi.

Birinchi grupp kationlarining hammasi suvdagi eritmalarida asosan rangsiz bo'ladi. Ikkinchi grupp kationlarini NH_4Cl ishtirokida grupp reagenti ammoniy karbonat ta'siridan cho'kkanda

Mg^{2+} kationi ikkinchi grupp kationlari bilan cho'kmasdan eritmada qoladi. Shuning uchun ham Mg^{2+} kationi birinchi grupp kationlari qatoriga kiradi. Buning sababi, ikkinchi grupp kationlarini cho'ktirishda grupp reagenti ta'siridan hosil bo'ladigan $(MgOH)_2CO_3$ suvda qiyin erisa-da, ammoniy tuzlari ishtirokida yaxshi eriydi. Ikkinchi analitik grupp kationlariga Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Ra^{2+} ionlari kiradi. Ikkinchi grupp kationlari grupp reagenti $(NH_4)_2CO_3$ ta'siridan ammiakli bufer eritma ($NH_4OH + NH_4Cl$) ishtirokida, $pH=9,26$ bo'lganda, eritmani $80^\circ C$ gacha qizdirish yo'li bilan suvda erimaydigan karbonatlar holida cho'ktiriladi. Bu kationlar III, IV va V grupp kationlaridan farqli ravishda ammoniy sulfid va vodorod sulfid ta'siridan sulfidlar hosil qilmaydi. Ikkinchi grupp kationlarining karbonatlari CO_2 gazini hosil qilib parchalanadigan kuchsiz karbonat kislotaning tuzi bo'lgani sababli HCl , HNO_3 yoki CH_3COOH kislotalarda oson eriydi.

Uchinchi analitik grupp kationlariga Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} kabi ionlar kiradi. Ko'pchilik xossalarning o'zaro yaqinligi tufayli bu gruppaga ba'zida Be^{2+} , Ti^{4+} , Zr^{4+} , Ga^{3+} , In^{3+} , Ce^{3+} , V^{3+} , La^{3+} , Ac^{3+} , Th^{4+} ionlari ham kiritiladi. Uchinchi grupp kationlari grupp reagenti – $(NH_4)_2S$ ta'siridan ammiakli bufer eritma ($NH_4OH + NH_4Cl$) ishtirokida ($pH=9,26$) suvda erimaydigan gidroksidlar $(Al(OH)_3, Cr(OH)_3, Ti(OH)_4)$ va sulfidlar ($FeS, Fe_2S_3, MnS, ZnS, CoS, NiS$) hosil qilib cho'kadi. Cho'ktirish jarayoni ($80^\circ C$ gacha) yuqori haroratda olib boriladi. Uchinchi grupp kationlari hosil qilgan sulfidlarning cho'kmalari to'rtinchi grupp kationlari hosil qilgan sulfidlar cho'kmalaridan farq qilib, suyultirilgan kislotalarda eriydi. Cho'ktirish o'tkazilgach 30 daqiqa o'tgandan so'ng boshqa ko'rinishga o'tgan CoS va NiS cho'kmalari xlorid kislotada erimaydi. Shu bilan birgalikda Co^{2+} va Ni^{2+} kationlari kuchli kislotali muhitda to'rtinchi grupp kationlari kabi vodorod sulfid yordamida cho'kmaga tushmaydi. Shuning uchun CoS va NiS cho'kmalarini kislotali muhitda H_2O_2 ta'sir ettirib eritish mumkin. Bundan tashqari, bu cho'kmalar 6 N nitrat kislotaga KNO_3 yoki $NaNO_3$ qo'shib qizdirilganda yoki zar suvida (kons. HNO_3 va kons. HCl ning 1:3 aralashmasi) eritilishi mumkin. Uchinchi grupp kationlari sulfidlari va gidroksidlarining yana bir o'ziga xos jihati ularning ranglilikidir. Bu esa kimyoviy aniqlashlarda katta ahamiyatga ega. FeS, Fe_2S_3, CoS va NiS – cho'kmalari qora rangli; MnS – sarg'ish-jigarrang; $ZnS, Ti(OH)_4$ va $Al(OH)_3$ – oq rangli; $Cr(OH)_3$ – kulrang-binafsha yoki kulrang-yashil rangli bo'ladi.

To'rtinchi analitik grupp kationlari kislotali muhitda ($\text{pH}=0,5$) vodorod sulfid ta'siridan cho'kadi. Ular D.I.Mendeleyev davriy sistemasida joylashishiga qarab, sulfidlarining xossalari birmuncha farqlanadigan ikkita gruppachadan iborat:

1. Mis gruppachasiga Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} , Sn^{2+} , (Pb^{2+}) kiradi. Bu kationlar sulfidlari tarkibidagi elementlarning asoslik xossalari ancha yuqori bo'lganligi sababli ular ishqorlarda erimaydi.

2. Mishyak gruppachasiga As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{4+} kationlari kirib, bu ionlarning sulfidlari ishqorlarda eriydi. Mishyak gruppachasi sulfidlari mis gruppachasi sulfidlariga qaraganda kislotalik xossalari ravshanroq ifodalanganligi bilan farqlanadi. Mishyak gruppachasi kationlarini boshqa gruppalardan ajratishning ikki yo'li bor:

1) kislotali muhitda ($\text{pH}=0,5$) H_2S ta'sir ettirib, III, II va I grupp kationlari bilan birga mis gruppachasi kationlarini (V grupp xloridlari oldin ajratiladi) ajratish;

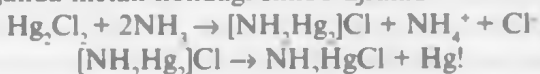
2) vodorod sulfid ta'sirida cho'ktirilgan mishyak gruppachasi sulfidlariga eruvchan tiotuzlar hosil qiladigan istalgan reaktivni ta'sir ettirish. Bunda IV grupp kationlari aralashmasidagi mis gruppachasi kationlari cho'kmada qolgani holda, mishyak gruppachasi kationlari eritmaga o'tadi. Cho'kmani eritmadan ajratib, kationlar aralashmasi ikki qismga ajratiladi. Mishyak gruppachasining reagenti sifatida tarkibida gidrolizni susaytiradigan NaOH bo'lgan Na_2S dan foydalanish qulay.

IV grupp kationlarini vodorod sulfid bilan cho'ktirishga kirishishdan oldin eritmani kislotali $\text{pH}=0,5$ bo'lgan muhitga keltirish zarur. Buning uchun faqat HCl qo'llanilgani ma'qul. Agar muhitni kislotali bo'lishini ta'minlash uchun HNO_3 qo'llanilsa, u vodorod sulfidni oltingugurtgacha oksidlashi mumkin. H_2SO_4 esa Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Pb^{2+} kabi ionlarni cho'ktirib, analizning keyingi bosqichlarini qiyinlashtiradi. Kislotali muhit yaratish uchun esa CH_3COOH qo'shilsa, u H^+ ioni konsentratsiyasining yetarli miqdorini ta'minlay olmaydi. Shu bois kislotali $\text{pH}=0,5$ bo'lgan muhitni yaratishda eritmaga HCl qo'shiladi va IV grupp kationlarining birinchi gruppachasi sulfidlari cho'ktiriladi. Shunda turli sulfidlarning kolloid eritmaları hosil bo'lib qolmasligi uchun cho'ktirishni issiq eritmalaridan olib borish maqsadga muvofiqdir.

V grupp kationlariga Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} kabi kationlar kiradi. Bu kationlar suyultirilgan xlorid kislota yoki NaCl , KCl eritmaları

yordamida oq rangli AgCl , Hg_2Cl_2 va PbCl_2 cho'kmalarni hosil qiladi. Bundan tashqari, Cu^{2+} , Ti^{3+} , Pt^{2+} kabi kationlarning xloridlari suvda va suyultirilgan kislotalarda erimaydi. Shunga ko'ra, bu kationlar reaksiyalarini qarab chiqish bizning vazifamizga kirmaydi.

AgCl cho'kmasi suyultirilgan nitrat va sulfat kislotalarda erimaydi, lekin ammiak eritmasida kompleks ion $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ hosil qilib oson eriydi. Oq rangli Hg_2Cl_2 cho'kmasi ortiqcha HCl eritmasida kompleks hosil qilib, biroz eriydi. Bu cho'kma AgCl cho'kmasidan farq qilib, ammiakda erimaydi va qorayadi. Bunga sabab hosil bo'ladigan $[\text{NH}_2\text{Hg}_2]\text{Cl}$ kompleks birikma beqaror bo'lib, u parchalanganda metall holidagi simob ajraladi:



bu tenglamani disproporsilanish reaksiyasi tenglamasi shaklida quyidagicha:



yozish mumkin.

Ushbu reaksiya Hg_2^{2+} ionining xususiy reaksiyasi sifatida ishlatiladi.

Pb^{2+} cho'kmasi oq tusli bo'lib, ortiqcha HCl va ishqoriy metall xloridlari eritmasi ta'sirida yoki isitilganda eriydi. Uning shu xossasidan foydalanib, PbCl_2 cho'kmasini AgCl va Hg_2Cl_2 cho'kmalaridan ajratish mumkin.

PbCl_2 sovuq suvda ham ma'lum miqdorda, ya'ni 20°C da 10 g/l eriydi. Shuning uchun Pb^{2+} kationini HCl yordamida to'liq ajratib olish qiyin. Binobarin, uning eritmada qolgan qismi to'rtinchi grupp kationlari bilan birgalikda PbS cho'kmasi shaklida ajratiladi.

Kationlar aralashmasining sistematik analizi ketma-ket beshinchi, to'rtinchi, uchinchi, ikkinchi grupp kationlarini cho'ktirishdan iborat bo'ladi. Birinchi grupp kationlarining grupp reagenti bo'lmaganligi uchun ular eritmada qoladi. Bunda sistematik analizning oxiri birinchi grupp kationlarini bo'lib-bo'lib analiz qilish usuli bilan yakunlanadi. Biz keyinroq siz bilan analiz sxemasiga alohida to'xtalamiz.

Anionlarni gruppalariga ajratish uchun turli sxemalar taklif etilganligi darslikning nazariy qismida aytib o'tilgan edi. Anionlarning gruppalariga bo'linishi barcha klassifikatsiyalarda bir xil. Birinchi grupp anionlariga bariyli tuzlari suvda eruvchan anionlar: NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- , MnO_4^- , MnO_4^{2-} , Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , SCN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, CN^- , BrO_3^- , ClO_3^- , ClO^- kabi ionlar

kiradi. Bu gruppada anionlarining gruppaga reagenti bo'lmasa-da, ularni kumushning suvda eruvchan tuzi – kumush nitrat ta'siridan ikki gruppaga ajratish mumkin. Kumush nitrat ta'siridan Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , SCN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ionlar cho'kmalar hosil qiladi. Ikkinchi gruppada anionlariga bariyli tuzlari suvda kam eriydigan SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, PO_4^{3-} , PO_3^{3-} , CO_3^{2-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , BO_3^- , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, CrO_4^{2-} , F^- , SiO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ singari anionlar kiradi. Bu gruppada anionlari bariy xlorid yoki bariy nitrat ta'siridan tegishli cho'kmalarni hosil qiladi. Anionlarni analiz qilishning sistematik, yarim sistematik va bo'lib-bo'lib qilinadigan uch usuli ma'lum. *Sistematik analiz* usulida anionlar gruppalariga maxsus gruppaga reagentlari ta'sirida ajratilib, so'ngra tegishli ketma-ketlikda topiladi. Bu usul odatda kam sonli aralashmalar analizi uchun qo'llaniladi. *Yarim sistematik analiz*da anionlar gruppalariga ajratilgandan so'ng eritmaning ayrim ulushlaridan bo'lib-bo'lib analiz qilish usulida tekshiriladi. *Bo'lib-bo'lib analiz qilish* usulida anionlar eritmaning ayrim ulushlaridan tegishli selektiv reagentlar yordamida topiladi. Bu usullar orasida yarim sistematik analiz eng qulay bo'lib, unda sistematik va bo'lib-bo'lib analiz qilish usullarining afzalliklaridan foydalaniladi.

2.2. Birinchi gruppada kationlarining reaksiyalari

Birinchi analitik gruppada kationlariga kaliy, natriy, ammoniy, litiy va magniy, shuningdek, rubidiy, seziy kationlari kiradi. Ular umumiy gruppaga reagentiga ega emas. Bu xossa ularni boshqa gruppalaridan farqlab turadi. Birinchi gruppada kationlari ikki gruppachaga bo'linadi: NH_4^+ , K^+ (Rb^+ , Cs^+) va Na^+ , Li^+ , Mg^{2+} . Birinchi gruppachada kationlari $\text{Na}_2[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ reagentlari ta'siridan cho'kadi. Ikkinchi gruppachada umumiy reagentga ega emas. Kaliy, natriy, ammoniy, litiy ionlarining gidroksid, xlorid, nitrat, atsetat, sulfat va sulfidlari suvda yaxshi eriydi va ular rangsiz. Ularning xromat, dixromat, manganat, geksanitritokobaltat, ferrosianid va ferrisianidlari rangli. Ishqoriy metallar gidroksidlari kuchli ishqorlar bo'lib, suvda to'liq ionlanadi. Shu bois ularning kuchli kislotalar bilan hosil qilgan tuzlari gidrolizlanmaydi, kuchsiz kislotalar bilan hosil qilgan tuzlari ishqorli gidrolizlanadi. Ammoniy gidroksid kuchsiz asos bo'lganligi uchun ammoniy tuzlari gidrolizlanadi.

2.3. Kaliy kationining reaksiyalari

Kaliy kationining xlorid, nitrat, sulfat va atsetatlari suvda yaxshi eriganligi uchun uning reaksiyalarini o'tkazishda shu tuzlarning eritmalaridan foydalanish tavsiya qilinadi.

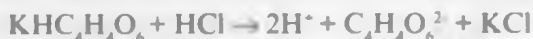
1. Vino kislota yoki uning natriyli nordon tuzi – natriy gidrotartrat bilan o'tkaziladigan reaksiya natijasida kaliy ioni oq kristal – kaliy gidrotartrat $KHC_4H_4O_6$ cho'kmasini hosil qiladi:



yoki reaksiyaning qisqartirilgan ionli tenglamasi quyidagi ko'rinishda yoziladi:



Vino kislota kuchsiz kislota ($pK_{a_1} = 3.04$; $pK_{a_2} = 4.37$) bo'lganligi uchun undan hosil bo'lgan kaliy gidrotartrat cho'kmasi kuchli kislotalar va ishqorlar eritmalarida, shuningdek, issiq, hatto sovuq suvda ham eriydi, lekin vino kislotadan ko'ra kuchsiz bo'lgan ($pK_a = 4.76$) sirka kislotada erimaydi. Kaliy gidrotartrat cho'kmasining eruvchanligi ancha yuqori ($K_s = 3.8 \cdot 10^{-4}$) bo'lganligi uchun reaksiyani kaliy tuzining yetarli darajada konsentrlangan eritmasidan foydalanib o'tkazish talab etiladi. Juda suyultirilgan eritmalar tekshirilganda cho'ktirishni boshlashdan oldin eritma chinni kosada bug'latib konsentrlanadi. Kislotali muhitda kaliy gidrotartrat cho'kmasi tartarat kislotasi hosil qilib eriganligi uchun tekshiriladigan eritma muhiti neytralga yaqin ($pH=5-8$) bo'lishi lozim:



Muhit ishqoriy bo'lsa, suvda oson erib o'rta tuzlar hosil bo'ladi:



Muhiti kislotali eritmani oz miqdor o'yuvchi natriy yoki natriy atsetat ta'sirida, ishqoriy muhitli eritmani esa sirka kislotasi ta'sirida neytrallash mumkin. Kaliy gidrotartrat cho'kmasini hosil qilish vaqtida probirka sovuq suv oqimida ushlab turilib, uning devorlari shisha tayoqcha bilan ishqalab turiladi; bunda cho'kma tushishi tezlashadi. Reaksiyani o'tkazish chog'ida eritmada ammoniy ioni

kiradi. Bu gruppada anionlarining gruppaga reagenti bo'lmasa-da, ularni kumushning suvda eruvchan tuzi – kumush nitrat ta'siridan ikki gruppaga ajratish mumkin. Kumush nitrat ta'siridan Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , SCN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ionlar cho'kmalar hosil qiladi. Ikkinchi gruppada anionlariga bariyli tuzlari suvda kam eriydigan SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, PO_4^{3-} , PO_3^{3-} , CO_3^{2-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , BO_3^- , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, CrO_4^{2-} , F^- , SiO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ singari anionlar kiradi. Bu gruppada anionlari bariy xlorid yoki bariy nitrat ta'siridan tegishli cho'kmalarni hosil qiladi. Anionlarni analiz qilishning sistematik, yarim sistematik va bo'lib-bo'lib qilinadigan uch usuli ma'lum. *Sistematik analiz* usulida anionlar gruppalariga maxsus gruppaga reagentlari ta'sirida ajratilib, so'ngra tegishli ketma-ketlikda topiladi. Bu usul odatda kam sonli aralashmalar analizi uchun qo'llaniladi. *Yarim sistematik analiz*da anionlar gruppalariga ajratilgandan so'ng eritmaning ayrim ulushlaridan bo'lib-bo'lib analiz qilish usulida tekshiriladi. *Bo'lib-bo'lib analiz qilish* usulida anionlar eritmaning ayrim ulushlaridan tegishli selektiv reagentlar yordamida topiladi. Bu usullar orasida yarim sistematik analiz eng qulay bo'lib, unda sistematik va bo'lib-bo'lib analiz qilish usullarining afzalliklaridan foydalaniladi.

2.2. Birinchi gruppada kationlarining reaksiyalari

Birinchi analitik gruppada kationlariga kaliy, natriy, ammoniy, litiy va magniy, shuningdek, rubidiy, seziiy kationlari kiradi. Ular umumiy gruppaga reagentiga ega emas. Bu xossa ularni boshqa gruppalardan farqlab turadi. Birinchi gruppada kationlari ikki gruppachaga bo'linadi: NH_4^+ , K^+ (Rb^+ , Cs^+) va Na^+ , Li^+ , Mg^{2+} . Birinchi gruppachada kationlari $\text{Na}_2[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ reagentlari ta'siridan cho'kadi. Ikkinchi gruppachada umumiy reagentga ega emas. Kaliy, natriy, ammoniy, litiy ionlarining gidroksid, xlorid, nitrat, atsetat, sulfat va sulfidlari suvda yaxshi eriydi va ular rangsiz. Ularning xromat, dixromat, manganat, geksanitritokobaltat, ferrosianid va ferrisianidlari rangli. Ishqoriy metallar gidroksidlari kuchli ishqorlar bo'lib, suvda to'liq ionlanadi. Shu bois ularning kuchli kislotalar bilan hosil qilgan tuzlari ishqorli gidrolizlanmaydi, kuchsiz kislotalar bilan hosil qilgan tuzlari ishqorli gidrolizlanadi. Ammoniy gidroksid kuchsiz asos bo'lganligi uchun ammoniy tuzlari gidrolizlanadi.

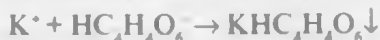
2.3. Kaliy kationining reaksiyalari

Kaliy kationining xlorid, nitrat, sulfat va atsetatlari suvda yaxshi eriganligi uchun uning reaksiyalarini o'tkazishda shu tuzlarning eritmalaridan foydalanish tavsiya qilinadi.

1. Vino kislota yoki uning natriyli nordon tuzi – natriy gidrotartrat bilan o'tkaziladigan reaksiya natijasida kaliy ionlari oq kristal – kaliy gidrotartrat $KHC_4H_4O_6$ cho'kmasini hosil qiladi:



yoki reaksiyaning qisqartirilgan ionli tenglamasi quyidagi ko'rinishda yoziladi:



Vino kislota kuchsiz kislota ($pK_a = 3.04$; $pK_{a_2} = 4.37$) bo'lganligi uchun undan hosil bo'lgan kaliy gidrotartrat cho'kmasi kuchli kislotalar va ishqorlar eritmalarida, shuningdek, issiq, hatto sovuq suvda ham eriydi, lekin vino kislotadan ko'ra kuchsiz bo'lgan ($pK_a = 4.76$) sirka kislotada erimaydi. Kaliy gidrotartrat cho'kmasining eruvchanligi ancha yuqori ($K_s^o = 3.8 \cdot 10^{-4}$) bo'lganligi uchun reaksiyani kaliy tuzining yetarli darajada konsentrlangan eritmasidan foydalanib o'tkazish talab etiladi. Juda suyultirilgan eritmalar tekshirilganda cho'ktirishni boshlashdan oldin eritma chinni kosada bug'latib konsentrlanadi. Kislotali muhitda kaliy gidrotartrat cho'kmasi tartrat kislota hosil qilib eriganligi uchun tekshiriladigan eritma muhiti neytralga yaqin ($pH=5-8$) bo'lishi lozim:



Muhit ishqoriy bo'lsa, suvda oson erib o'rta tuzlar hosil bo'ladi:

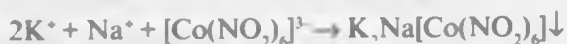


Muhiti kislotali eritmani oz miqdor o'yuvchi natriy yoki natriy atsetat ta'sirida, ishqoriy muhitli eritmani esa sirka kislota ta'sirida neytrallash mumkin. Kaliy gidrotartrat cho'kmasini hosil qilish vaqtida probirka sovuq suv oqimida ushlab turilib, uning devorlari shisha tayoqcha bilan ishqalab turiladi; bunda cho'kma tushishi tezlashadi. Reaksiyani o'tkazish chog'ida eritmada ammoniy ionlari

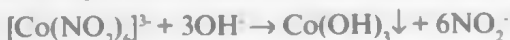
bo'lmashligi lozim. NH_4^+ ioni kaliy ioniga o'xshash cho'kma hosil qiladi.

Eslatma. Hosil qilingan $\text{KNH}_4\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ cho'kmasining kuchli va kuchsiz kislotalar hamda ishqorlarga bo'lgan munosabatini tekshirib ko'ring.

2. **Natriy geksanitritokobaltat (III)** ning ($\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$) yangi tayyorlangan eritmasi neytral yoki kuchsiz kislotali muhitda kaliy ioni bilan sariq rangli kaliy-natriy geksanitritokobaltat cho'kmasini hosil qiladi:



Bu reaksiyani o'tkazish NH_4^+ ioni yo'qotilgandan so'ng yoki u ishtirok etmagan sharoitda amalga oshirilishi lozim. Buning sababi shundaki, ammoniy ioni ham natriy geksanitritokobaltat (III) bilan sariq rangli cho'kma hosil qiladi, shu bois kaliy ionini topishga xalaqit qiladi. Ishqoriy eritmada geksanitritokobaltat kompleks ioni parchalanib esa qora-qo'ng'ir rangli kobalt (III) gidroksid cho'kmasini hosil qiladi:



Agar tekshiriladigan eritma ishqoriy bo'lsa, u sirka kislota ta'sirida neytrallanadi.

Kuchli kislotali muhitda kaliyni natriy geksanitritokobaltat (III) ta'sirida cho'ktirib bo'lmaydi, chunki bunday sharoitda hosil bo'ladigan kompleks geksanitritokobaltat (III) kislota – $\text{H}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ parchalanadi va uning tarkibidagi kobalt (III) qaytarilib, pushti rangli Co^{2+} ioniga aylanadi:



Agar tekshiriladigan eritma kuchli kislotali bo'lsa, uni natriy atsetat ta'sirida neytrallash kerak. Bu reaksiyani o'tkazishga, ancha kuchli qaytaruvchi hisoblangan yodid ioni xalaqit beradi, chunki yodid ionni geksanitritokobaltat tarkibidagi nitrit va kobalt (III) ionlar oksidlaydi.

Mazkur reaksiya juda sezuvchan bo'lganligi sababli uni o'tkazish uchun kaliy tuzi eritmasining 1-3 tomchisiga 3-4 tomchi natriy geksanitritokobaltat (III) reaktivi eritmasi qo'shiladi. Bundan

tashqari reaksiyani kaliy tuzi eritmasiga reaktivning kristallaridan bir nechtasini qo'shish orqali ham o'tkazish mumkin. Xato qilmaslik uchun uni oz miqdor distillangan suvda eritib qo'shgan ma'qul.

Eslatma. Hosil qilingan $K_2Na[Co(NO_2)_6]$ cho'kmasining kuchli va kuchsiz kislotalar hamda ishqorlarga munosabatini tekshirib ko'ring.

3. Alanga rangining bo'yalishi. Kaliy ioni gorelkaning rangsiz alangasini binafsha rangga bo'yaydi. Ko'p hollarda kaliy tuzlari ko'pincha natriy ioni bilan ifloslangan bo'lgani uchun amalda alanga rangi sariq bo'lishi mumkin. Bunday vaqt alangaga sariq rangni yutadigan ko'k shisha orqali qarash tavsiya qilinadi. Tajribani bajarish uchun platina yoki nixrom sim konsentrlangan xlorid kislotaga bir necha marta botirib olinadi va gorelka alangasida alanga bo'yalmay qolgunga qadar qizdirilib tozalanadi. Tozalangan sim kaliy tuzi eritmasiga botiriladi yoki konsentrlangan xlorid kislota eritmasi bilan ho'llangan sim kaliyning biror qattiq tuziga tegiziladi. So'ngra u avval gorelka alangasining asosiga kiritiladi, keyin esa alanganing harorati baland bo'lgan yuqori qismiga ko'tariladi. Gorelka alangasini ko'k oyna orqali kuzatib, alanganing binafsha rangini ko'rish mumkin. Platina yoki nixrom sim bo'lmasa, oddiy qalamning tozalangan grafit tayoqchasidan ham foydalanishingiz mumkin.

2.4. Natriy kationining reaksiyalari

Natriyning xlorid, nitrat, sulfat, nitrit, atsetat singari tuzlari suvda yaxshi eriganligi uchun uning reaksiyalarini shu tuzlar eritmalari yordamida o'tkazish mumkin. Ammo natriy ioni analitik reaksiyalarining soni ko'p emas.

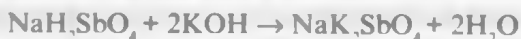
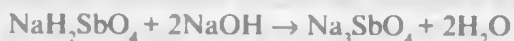
1. Kaliy digidroantimonat (KH_2SbO_4) yoki kaliy digidropiroantimonat ($K_2H_2Sb_2O_7$) natriy ioni bilan sovuq sharoitda probirka devori shisha tayoqcha bilan ishqalanib turilganda natriy digidroantimonatning oq kristal cho'kmasini hosil qiladi:



Reaksiya neytral muhitda o'tkazilishi kerak. Chunki kislotali muhitda reaktiv parchalanib, metaantimonat kislotaning amorf cho'kmasi hosil bo'ladi:



Reaksiyaning kislotali muhitini kaliy ishqori ta'sir ettirib neytrallanadi. Kuchli ishqoriy muhitda cho'kma tushmasdan, suvda eriydigan o'rta tuz – antimonat hosil bo'ladi:



Agar eritma ishqoriy muhitga ega bo'lsa, u xlorid yoki sirka kislota eritmasi yordamida neytrallanadi.

Natriy tuzi eritmasining 2-3 tomchisiga kaliy digidroantimonat yoki kaliy digidropiroantimonat tuzi eritmasidan 3-4 tomchi qo'shib, probirkani jo'mrakdan oqayotgan sovuq suvda ushlab turib probirkaning ichki devorini shisha tayoqcha bilan ishqalang. Ishqalash natijasida tushayotgan mayda shisha qirindilari kristallanish markazini hosil qilib, cho'kmaning tushishini ancha tezlashtiradi. Odatda, oldin eritma loyqalanib, so'ngra cho'kma tusha boshlaydi. Cho'kmani yetiltirish uchun probirkani shtativda bir necha daqiqa qoldirish tavsiya qilinadi. Bunda oq kristal cho'kma tushganligini kuzatish mumkin. Natriy ionining kaliy digidroantimonat bilan bo'lgan reaksiyasining sezuvchanligi kam bo'lganligidan reaksiya natriy tuzining yetarli darajada konsentrlangan eritmasi bilan o'tkazilishi kerak. Agar eritma juda suyultirilgan bo'lsa, uni bug'latib konsentratsiyasini oshirish lozim. Shunday qilinmasa, ushbu reaksiya yordamida natriy ionini topishga eritmadagi ammoniy va magniy ionlari xalaqit beradi.

2. Uranilatsetat – $\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2$ neytral yoki kuchsiz kislotali muhitda natriy ionini bilan yashil-sariq yoki rangsiz (suyultirilgan eritmalardan) natriy uranilatsetat cho'kmasi hosil qilinadi. Bu cho'kmani mikroskop ostida kuzatilsa, tetraedrlar yoki oktaedrlarni ko'rishingiz mumkin. Reaksiyani o'tkazish uchun mikroskopning buyum oynasiga natriy xlorid (natriy atsetat) eritmasidan 1-2 tomchi tomizib, uni quriguncha bug'lating. So'ngra uning yoniga uranilatsetatning suyultirilgan sirka kislota eritmasidan 2 tomchi tomizib, shisha tayoqcha yordamida reaktivni qoldiq bilan aralashtiring, hosil bo'lgan natriy uranilatsetat kristallarini mikroskop ostida kuzating. Bu reaksiyani kaliy va ammoniy ionlari ishtirokida o'tkazishingiz mumkin:



Reaksiya juda seziluvchan (topilish minimumi 0,8 mkg) bo'lib, magniy va rux ionlari ishtirokida yoki rux (magniy) uranilatsetat ta'siridan seziluvchanlik yanada oshadi, natijada $\text{NaMg}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yoki $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ tarkibli cho'kma tushadi. Bu reaksiya natriy ionlari uchun o'ziga xos (spesifik) reaksiya ekanligini bilib olasiz.

3. Alanga rangining bo'yalishi. Natriy ionlari gorelkaning rangsiz alangasini sariq rangga kiritadi. Reaksiyani yuqoridagi tartibda bajaring.

2.5. Ammoniy kationining reaksiyalari

Ammoniy ionining xlorid, bromid, nitrat, sulfat singari tuzlari suvda yaxshi eriganligi uchun uning reaksiyalarini shu tuzlarning eritmalaridan foydalangan holda o'tkazsangiz maqsadga muvofiqdir.

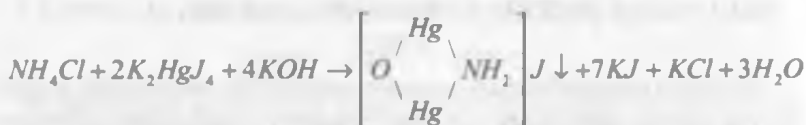
1. Ishqorlar (NaOH va KOH) ammoniy ionlari qo'shib qizdirilganda ammiak gazini ajralib chiqadi:



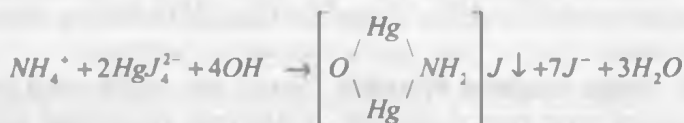
Ajralib chiqayotgan ammiakni uning hididan yoki ho'l qizil lakmus qog'ozining ko'karishidan bilib olasiz. Bundan tashqari, ammiak ajralib chiqayotgan idishga konsentrlangan HCl bilan ho'llangan shisha tayoqcha yaqinlashtirilganda tayoqcha atrofida oq «tutun» — NH_4Cl hosil bo'ladi.

Reaksiyani bajarish uchun ammoniy tuzi eritmasining 2-3 tomchisi yoki ozgina ammoniy xloridning quruq tuzi solingan probirkaga 3-4 tomchi kaliy yoki natriy ishqori eritmasi tomiziladi. Agar probirkaning og'ziga ho'llangan qizil yoki binafsha lakmus qog'ozini o'rnatib, probirka suv hammomida qizdirilsa, lakmus qog'oz ko'karadi, bundan reaksiyaning sodir bo'lganligini ko'rasiz.

2. Nessler reaktivi ($\text{K}_2\text{HgJ}_4 + \text{KOH}$) bilan ammoniy ionlari oksodimerkuryodidning qizil-qo'ng'ir cho'kmasini hosil qiladi:



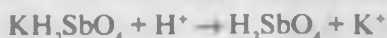
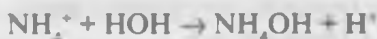
yoki ionli tenglama shaklida:



Reaksiya juda sezuvchandir. Undan kaliy va natriy ionlarini topishdan oldin eritmada ammoniy ioni borligini tekshirib ko'rish uchun foydalaning. Bu kaliy va natriy ionlari ammoniy ionini topishga xalaqit bermaydi.

Reaksiyani hajarishda ammoniy tuzi eritmasining bir tomchisiga 5-6 tomchi suv va 1-2 tomchi Nessler reaktivi qo'shiladi, natijada qizil-qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'ladi. Ammoniy ioni konsentratsiyasi past bo'lganda, eritma to'q sariq rangga kiradi.

3. Ammoniy ionining kaliy va natriy ionlari reagentlariga munosabati. Yuqorida ammoniy ionining kaliy va natriy ionini topishga xalaqit berishini ko'rib o'tgan edingiz. Bunga ishonch hosil qilishingiz uchun kaliy va natriy ionlari uchun o'tkazilgan reaksiyalarni ammoniy ioni bilan o'tkazib ko'ring. Kuzatishlaringiz asosida natriy gidrotartrat va natriy geksanitritokobaltat (III) reaktivlari ta'siridan bir xil tuzilishli va o'xshash rangli cho'kmalar hosil bo'lishiga ishonch hosil qiling. Ammoniy ioni kislotali muhitga ega bo'lgani uchun kaliy digidroantimonatni parchalab oq amorf cho'kma – metaantimonat kislotani hosil qiladi:



Ma'lum bo'lishicha, kaliy va natriy ionlarining reaksiyalari ammoniyni reaksiyalariga o'xshash bo'lib, u ammoniy ioni kaliy va natriyni topishga xalaqit beradi.

4. Ammoniy ionini yo'qotish. Ammoniy ionini yo'qotishda ammoniy tuzlarining qizdirilganda parchalanib, uchib chiqishidan foydalanish mumkin:



Bundan tashqari, ammoniy ionini yo'qotishda ammoniy tuzlarini ishqor eritmasi bilan qizdirish:



ammoniy nitrat yoki ammoniy dixromatning qizdirilgandagi disproporsiya:



kuchli oksidlovchilar ta'siridan oksidlanish:



ammoniy tuzlarining magniy metali ta'siridan qaytarilish (A.H.Agte):



yoki ammoniy tuzlarining ishqoriy muhitda formaldegid bilan ta'sirlashib, urotropin hosil qilish:



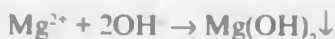
reaksiyalaridan foydalanish mumkin.

Reaksiyalarning bajarilishi. Tigel yoki chinni kosachaga tekshiriladigan eritma solinib, ehtiyotlik bilan quriguncha bug'latiladi, so'ngra quruq qoldiqdan oq «tutun» ajralib chiqishi tugaguncha qizdiriladi. Qiyin parchalanadigan moddalar yuqoriroq haroratgacha qizdiriladi. Biroq, juda yuqori haroratgacha qizdirish natijasida boshqa ionlarning yo'qolishi mumkinligini ham unutmang. Qiyin parchalanadigan quruq tuzlar konsentrlangan xlorid kislota bilan ho'llansa, yengil parchalanadigan ammoniy xlorid hosil bo'ladi. Tigel va undagi quruq modda sovigach, quruq modda bir necha tomchi suvda eritilib, ammoniy ioniga xos reaksiyalar (ishqor yoki Nessler reaktivi) yordamida ammoniyning yo'qligini tekshirib ko'rasiz.

2.6. Magniy kationining reaksiyalari

Magniyning xlorid, nitrat, sulfat, gidrokarbonat, atsetat singari tuzlari suvda yaxshi eriganligi uchun uning reaksiyalarini shu tuzlaridan foydalanib amalga oshirish mumkin. Magniy ionining reaksiyalari ko'p jihatdan boshqa birinchi grupp kationlari reaksiyalaridan farq qiladi.

1. O'yuvchi ishqorlar magniy ioni bilan ($\text{pH} \geq 10,5$) oq amorf magniy gidroksid – $\text{Mg}(\text{OH})_2$ cho'kmasini hosil qiladi:

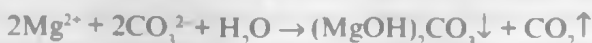
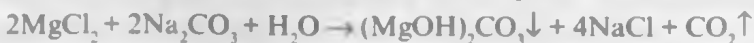


Bu reaksiya magniy ionini birinchi analitik gruppning ammoniy boshqa kationlaridan ajratish uchun (ular suvda yaxshi eriydi) ishlatilishi mumkin. Magniy gidroksid kislotali muhitda eriydi (tekshirib ko'ring). Ammoniy tuzlari gidrolizlanganda kislotali muhit hosil bo'ladi, shu bois magniyni boshqa kationlardan ajratish uchun ammoniyni eritmadan yo'qotishingiz kerak.

Ushbu reaksiyani filtr qog'ozida tomchi reaksiyasi (N.A.Tananayev) tarzida o'tkazganda, reaksiyaga kaliy, natriy, kalsiy, stronsiy va bariy ionlari xalaqit bermaydi.

Tomchi reaksiyasini o'tkazish uchun filtr qog'oziga bir tomchi fenoltalein eritmasi, bir tomchi neytral muhitdagi tekshiriladigan eritma va bir tomchi ammiak tomizing. Qo'shilgan ammiak va hosil bo'lgan magniy gidroksid muhitni ishqoriy qiladi, bu muhitda fenoltalein qizarib, dog' hosil bo'ladi. Tekshirilayotgan eritmada magniy borligiga ishonch hosil qilishingiz uchun filtr qog'ozini gorelkadan yuqoriroq tuting, quritilganda dog' yo'qoladi. Agar quruq filtr qog'ozini distillangan suv bilan ho'llaganingizda qizil dog' yana paydo bo'lsa, bu magniy gidroksid hosil bo'lganligini ko'rsatadi.

2. Eruvchan karbonatlar magniy ioni bilan oq rangli amorf magniy gidroksikarbonat cho'kmasini hosil qiladi:



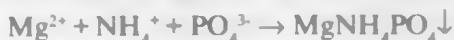
Cho'kma kislotalar va ammoniy tuzlari eritmalarida eriydi.



Shu bois ammoniy tuzlari ishtirokida magniyni cho'ktirish to'la bo'lmaydi, binobarin, magniyni to'la cho'ktirish uchun ammoniy ionini eritmadan yo'qotishingiz kerak. Buning uchun ishqoriy muhitda qizdirishdan foydalanishingiz mumkin (qaysi ishqorni qo'shganligingizni esda tuting). Ammoniy karbonat Mg^{2+} ionini asosli tuz ko'rinishida to'la cho'ktirmaydi. Bu xossadan foydalanib, ortiqcha miqdor ammoniy tuzlari ishtirokida magniy ionini ikkinchi grupp kationlaridan ajrating. Ikkinchi grupp kationlarini ajratishda magniy ionini eritmaga o'tib, birinchi grupp kationlari bilan birga eritmada qolgani uchun magniy kationi birinchi gruppaga kiritiladi. Magniy ionini cho'ktirishga litiy ion xalaqit beradi, biroq magniy ionini ammoniy xlorid ishtirokida ammoniy karbonat ta'siri bilan cho'ktirsangiz, litiy xalaqit bermaydi.

Reaksiyani bajarish uchun probirkadagi magniy tuzining 2-3 tomchisiga shuncha natriy karbonat eritmasi quyung va qaynaguncha qizdiring.

3. Natriy gidrofosfat magniy ionini bilan NH_4OH va NH_4Cl ishtirokida reaksiyaga kirishib, mineral va sirka kislotalarda eriydigan oq rangli kristal cho'kma – magniyammoniy fosfat $MgNH_4PO_4$ hosil qiladi:



Magniyni ushbu reaksiya yordamida topishga litiy va boshqa gruppalar kationlari xalaqit beradi.

Reaksiyani bajarish uchun magniy tuzining 2-3 tomchisiga shuncha miqdorda NH_4OH eritmasi quyung, tushgan cho'kmani NH_4Cl eritmasida eriting va eritma aralashtirilib turgan holda tomchilatib Na_2HPO_4 qo'shing.

Mazkur reaksiya yordamida magniyni mikrokristalloskopik topish uchun mikroskopning buyum oynasiga bir tomchidan tekshirilayotgan eritma, ammoniy xlorid eritmasi va konsentrlangan ammiak eritmalaridan, so'ngra unga $Na_2HPO_4 \cdot 6H_2O$ kristalidan qo'shing. Buyum oynasi sekin suv hammomi qopqog'ida qizdirilganda olti uchli yulduzga o'xshash kristallar hosil bo'ladi. Agar cho'ktirishni suyultirilgan eritmalaridan bajarsangiz, shakli o'zgargan kristallar hosil bo'lganini ko'rasiz.

Magniyammoniy fosfat cho'kmasi kislotalarda (hatto sirka kislotada ham) eriydi. Mikrokristalloskopik reaksiyani kalsiy ionini

ishtirokida o'tkazsangiz tekshiriladigan eritmaga limon kislota qo'shishingiz mumkin.

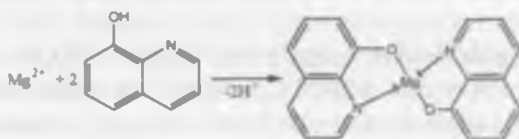
4. Kaliy digidroantimonat magniy ionini bilan $\text{pH} > 7$ bo'lganda, kislotalarda eriydigan oq kristal $\text{Mg}(\text{H}_2\text{SbO}_4)_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ cho'kmalar aralashmasini hosil qiladi:



Bundan shunday xulosa chiqadiki, Mg^{2+} ionini Na^+ ionini topishga xalaqit beradi va, demak, uni oldin KON ta'sirida cho'ktirib ajratishingiz kerak.

Reaksiyani bajarish uchun magniy tuzining 2-3 tomchisiga shuncha reaktiv quyung va probirka devorlarining ichki tomonini shisha tayoqcha bilan ishqalab turing.

5. 8-oksixinolin magniy ionini bilan ta'sirlashishib yashil-sariq rangli kristall cho'kma hosil qiladi:



Bu reaksiya magniyni birinchi gruppning boshqa kationlaridan ajratib olish imkonini beradi. Ammoniy, litiy, natriy, kaliy, bariy, stronsiy va kalsiy ionlari cho'kmaydi. Cho'ktirish pH 8-13 oralig'ida bo'lganda o'tkaziladi. Bu sharoitda temir (III), mis (II), alyuminiy, rux, kadmiiy va titan (IV) ionlari ham cho'kma hosil qiladi.

Reaksiyani bajarish uchun probirkaga yoki chinni plastinkaga bir tomchi magniy eritmasini tomizib, unga ammoniy xlorid, ammiak hamda 8-oksixinolin eritmasidan bir tomchidan qo'shing va aralashmani ohista qizdiring.

2.7. Litiy kationining reaksiyalari

Litiyning xlorid, nitrat va atsetatlari suvda yaxshi eriydi. Uni topish uchun suvda yaxshi eriydigan tuzlardan foydalanish mumkin.

1. Ammoniy yoki kaliy ftorid litiy ionini bilan oq amorf litiy ftorid cho'kmasi hosil qiladi:



Litiy fluorid cho'kmasi sekin cho'kadi. Bu reaksiya yordamida litiyni aniqlash uchun MeF_2 tarkibli cho'kma hosil qiladigan magniy, mis (II), qo'rg'oshin (II) va boshqalar xalaqit beradi, birinchi gruppaning qolgan kationlari cho'kma hosil qilmaganligidan litiyni topishga xalaqit bermaydi. Reaksiya pH 9-10 bo'lganda amalga oshiriladi.

2. Kaliy geksatsianoferrat (III) urotropin ishtirokida sarg'ish-qizil rangli cho'kma – $\text{Li}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]\cdot\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ hosil qiladi. Ammo magniy birikmalari bu reaksiya yordamida litiyni topishga xalaqit beradi.

3. Uranilatsetat yoki rux uranilatsetat litiy ion bilan yashil-sariq rangli $\text{LiUO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2$ yoki $\text{LiZn}(\text{UO}_2)_2(\text{CH}_3\text{COO})_6\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ cho'kma hosil qiladi.

4. 8-oksixinolin litiy ion bilan qizil rangli eritma hosil qiladi.

5. Alanga rangining bo'yalishi. Uchuvchan litiy birikmalari rangsiz alangani qirmizi-qizil rangga (juda seziluvchan) bo'yaydi. Aralashmada natriy ion bo'lganda natriyning sariq rangi litiy rangini niqoblaganligi uchun alanganing sariq rangni o'tkazmaydigan ko'k rangli yoki kobaltli shisha orqali kuzatish talab etiladi.

2.8. Birinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi

Birinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi doimo eritmaning pH qiymatini aniqlash va NH_4^+ ionini topishdan boshlanadi.

Eritmaning pH qiymatini aniqlashda universal indikator qog'ozi yoki turli indikatorlardan foydalanish mumkin. Universal indikator qog'ozi muhitni aniqlashda qulay bo'lib, uning yordamida pH ni baholash uchun indikator qog'oziga shisha tayoqcha bilan bir tomchi tekshiriladigan eritma tomiziladi. Shu zahoti indikator qog'ozining rangi, shkala rangi bilan taqqoslanadi. Eritmaning pH qiymati asosida turli xulosalarga ega bo'lish mumkin. Tarkibida cho'kmasi bo'lmagan, ammiak hidi kelmaydigan, kuchli ishqoriy muhitli eritma kationlarning ishqoriy gidrolizlanadigan tuzlari va erkin ishqorlar borligi ammoniy va magniy ionlarining yo'qligidan darak beradi. Kislotali muhit esa eritmada ammoniyning kuchli kislotalar bilan hosil qilgan tuzlari hamda erkin kislotalarning borligini ko'rsatadi.

Ammoniy ioni natriy va kaliy ionlarini topishga xalaqit beradi. Shu sababli u eng avval topiladi. Ammoniy ioni eritmadan topilgan bo'lsa, u yo'qotilgandan keyin natriy va kaliy ionlari topiladi. NH_4^+ ioni Na^+ ionini KH_2SbO_4 reaksiyasi, K^+ ionini $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ bilan topishga xalaqit beradi. Biroq K^+ ionini Na^+ va Mg^{2+} ionlari ishtirokida ham topish mumkin.

1. NH_4^+ ionini topish. NH_4^+ ionini topishda tekshiriladigan eritmadan 1-2 tomchi olinadi. Unga gaz kamerasida fenolftalein eritmasi bilan namlangan qog'oz (yoki qizil lakmus qog'oz) ishtirokida NaOH ning 2 N eritmasidan 2-4 tomchi tomiziladi. Shundan so'ng, u suv hammomida isitiladi. Fenolftalein shimdirilgan qog'ozning qizarishi (yoki lakmusning ko'karishi) ammoniy ioni borligidan darak beradi. NH_4^+ ionini topishda Nessler reaktividan foydalanish mumkin. Buning uchun tekshiriladigan bir tomchi eritmaga 2-3 tomchi Nessler reaktivi ta'sir ettiriladi. Qizil-qo'ng'ir rangli cho'kmaning hosil bo'lishi eritmada NH_4^+ borligini ko'rsatadi.

2. Eritmadan NH_4^+ ionini yo'qotish. Eritmadan NH_4^+ ionini yo'qotishda ammiak hidi yo'qolguncha eritma to'liq bug'latiladi va undan keyin qizdiriladi. Qoldiqda ammoniy ioni qolmaganligiga to'liq ishonch hosil qilingandan so'ng, birinchi grupp kationlarini gruppachalarga ajratishga o'tish mumkin. Eritmadan NH_4^+ ionining to'liq yo'qotilganligini tekshirib ko'rish uchun uning bir qismiga ishqor qo'shib qizdiring. Ammiak hidi kelmasa, ammoniy to'la yo'qotilgan hisoblanadi.

Agar kationlar aralashmasida Li^+ bo'lsa, kationlar gruppachalarga ajratiladi.

3. Birinchi grupp kationlarini gruppachalarga ajratish. Tarkibidagi ammoniy ioni yo'qotilgan, tekshiriladigan eritma ikki bo'lakka ajratiladi. Eritmaning bir qismiga (ikkinchi qismi qo'shimcha tekshirish uchun olib qo'yiladi) yetarli miqdorda vino kislota eritmasi qo'shiladi va eritmani sovitayotgan vaqtda idish shisha tayog'cha bilan ishqalanadi. Bunda kaliy, rubidiy, seziiy gidrotartratlar shaklida cho'kadi. Eritmada natriy, magniy va litiy ionlari qoladi. So'ngra to'la cho'kish tekshiriladi. Buning uchun shu eritmaning ustki tiniq qismidan 2-3 tomchi olib, unga yana vino kislota eritmasi yuqoridagi tartibda ta'sir ettiriladi. Agar tiniq eritma loyqalansa, hali to'la cho'kishga erishilmagan deyish mumkin. Bunday holda eritma tiniqlashgunga qadar cho'ktirish davom ettiriladi. Cho'kma sentrifugalab (1-cho'kma) eritmadan (1-eritma) ajratiladi. Shundan so'ng, 1-eritmadan litiy, natriy va magniy ionlari, 1-cho'kmadan esa kaliy, rubidiy va seziiy ionlari topiladi.

1-jadvaldan ma'lumki, natriy ionini uranilatsetat bilan topishga litiy ionini, kaliy digidroantimonat bilan topishga litiy hamda magniy ionlari xalaqit beradi. Ularni eritmadan yo'qotgandan so'ng natriy ionini topish mumkin.

4. Litii va magniy ionlarini natriy ionidan ajratish. 1-eritmaning bir qismiga (ikkinchi qismi qo'shimcha tekshirish uchun olib qo'yiladi) K_2CO_3 eritmasi qo'shiladi va aralashma qizdiriladi. Agar aralashmada litii va magniy ionlari bo'lsa, Li_2CO_3 va $(MgOH)_2CO_3$ cho'kmalari hosil bo'ladi. Cho'kmani (2-cho'kma) sentrifugalab, eritmadagi natriy ionidan (2-eritma) ajratiladi.

5. Magniy ionini topish. 2-cho'kma xlorid kislota da eritiladi va uning bir qismiga (ikkinchi qismi qo'shimcha tekshirish uchun olib qo'yiladi) kimyoviy toza KOH eritmasi qo'shib qaynatilganda, $Mg(OH)_2$ cho'kmaga tushadi, eritmada litii ionini qoladi (3-eritma). $Mg(OH)_2$ cho'kmasi xlorid kislota da eritilib, eritmada magniy ionini borligi tekshiriladi. Buning uchun eritmaning 2-3 tomchisiga 2-3 tomchidan 2 N NH_4Cl , 6 N NH_4OH va 2 N Na_2HPO_4 eritmalarini qo'shib qizdiring. Magniy ionini ishtirokida oq kristal cho'kma $MgNH_4PO_4$ hosil bo'ladi. Eritmada magniy ionini bo'lmasa, cho'kma tushmaydi.

6. Litii ionini topish. 3-eritmaga K_2CO_3 eritmasi qo'shib qizdirilganda, Li_2CO_3 cho'kmasi hosil bo'ladi. Cho'kma ajratilib, litii ionining xususiy reaksiyalari (uranilatsetat, ammoniy ftorid) yordamida litii borligi tekshirib ko'riladi.

7. Natriy ionini topish. 2-eritmaga uranilatsetat yoki kaliy digidroantimonat (neytral muhit) ta'sir ettirib, yoxud alanga rangining bo'yalishi orqali natriy ionini topiladi.

8. Kaliy ionini topish. 1-cho'kma xlorid kislota da eritiladi, eritma natriy gidroksid eritmasi yordamida neytrallanadi ($pH=6-7$) va unga natriy geksanitritokobaltat (III)ning yangi tayyorlangan eritmasi yoki bir necha kristali qo'shiladi. Bunda sariq rangli cho'kmaning hosil bo'lishi kaliy borligini ko'rsatadi. Sariq cho'kma hosil bo'lmasa, eritmada kaliyning yo'qligi ma'lum bo'ladi.

Agar tekshiriladigan eritmada litii ionini bo'lmasa, ammoniy ionini topib, uni eritmadan yo'qotgandan so'ng analizni magniyni topish bilan davom ettirish mumkin. Buning uchun 5-bandda keltirilgan reaksiyadan foydalaniladi. Magniyni topib ajratgandan so'ng qolgan eritmadan natriy va kaliy (7-8-bandlardan foydalanib) topiladi.

Aralashmani analiz qilish davomida olingan natijalarni qayta tekshirib ko'rishdan oldin ularning to'g'riligiga ishonch hosil qiling. Buning uchun eritmalarining olib qo'yilgan ikkinchi qismlarini yana bir bor tekshirib

ko'rgan ma'qul. Parallel tajribalar bir xil bo'lganda olingan natijalarni to'g'ri, deb hisoblash mumkin. Har bir tajriba aniq, astoydil va shoshmasdan toza idishlar va reaktivlardan foydalanib o'tkazilishi kerak.

2.9. Ikkinchi grupp kationlarining reaksiyalari

Ikkinchi analitik grupp kationlari qatoriga kalsiy, stronsiy, bariy va radiy ionlari kiradi. Ular ammiakli bufer aralashma ishtirokida grupp reagenti – ammoniy karbonat ta'siridan cho'kadi. Bu grupp kationlarining gidroksid, karbonat, sulfat, sulfid, xromat, oksalat va fosfatlari suvda kam eriydi. Ishqoriy-yer metallari gidroksidlaridan faqat bariy gidroksid suvda yaxshi eriydi. Ikkinchi grupp kationlari gidroksidlarining suvda eruvchanligi yuqoridan pastga (davriy jadval bo'yicha) ortib borsa, masalan, sulfatlarining eruvchanligi kamayib boradi. Bu grupp kationlarining karbonatlari kam eruvchan ekanligiga qaramasdan ularni qaysi eruvchan karbonat ta'siridan cho'ktirish muhim ahamiyatga ega. Kaliy va natriy karbonatlar ta'siridan magniy ioni ikkinchi grupp kationlari bilan cho'kadi. Bu birinchi grupp kationlari analizini qiyinlashtiradi, chunki kaliy yoki natriy karbonat ta'siridan ikkinchi grupp kationlarini cho'ktirganda eritmada birinchi grupp kationlariga hali topilmagan, biroq topilishi keyinroq ko'zda tutilgan ionlar (K^+ va Na^+) qo'shilib, birinchi grupp kationlari aralashmasini ular ifloslantiradi. Shu bois ikkinchi grupp kationlarini cho'ktirish uchun ammiakli bufer aralashma ($NH_4Cl + NH_4OH$) ishtirokida ammoniy karbonat bilan cho'ktirish maqsadga muvofiqdir. Shunday qilinsa, magniy birinchi grupp kationlari bilan eritmada qoladi. Ikkinchi grupp kationlarining sulfidlari (suvdagi eritmada ular gidrolizlanib, gidrosulfidlarga aylanishini: $CaS + HOH \rightarrow Ca^{2+} + HS^- + OH^-$ hisobga olamiz) suvda yaxshi eriydi. Bu xossa birinchi va ikkinchi analitik gruppalar kationlarini uchinchi va to'rtinchi gruppalar kationlaridan farqlaydi. Ikkinchi grupp kationlarining kuchli kislotalar bilan hosil qilgan tuzlari qariyb gidrolizlanmaydi va deyarli neytral muhitga ($pH \sim 6$) ega. Ularning juda ko'pchilik birikmalari rangsizdir.

2.10. Grupp reagentining ta'siri

Ikkinchi grupp kationlarini birinchi grupp kationlaridan ajratish uchun ularning ammiakli bufer aralashma ishtirokida ($pH \sim 9,2$)

gruppa reagenti – ammoniy karbonat bilan reaksiyasidan foydalanish mumkin. Gruppa reagenti yordamida ajratilganda magniy birinchi gruppa kationlari bilan eritmada qoladi, chunki magniy karbonat ammoniy xlorid ishtirokida eriydi. Agar ajratishda natriy (kaliy) karbonatdan foydalanilsa, magniy ikkinchi gruppa kationlari bilan cho'kadi. Tekshiriladigan eritma birinchi gruppa kationlari aralashmasi natriy (kaliy) kationi bilan ifloslangani ko'rinadi.

Ammoniy karbonat eritmada qariyb to'liq gidrolizlanib, ammoniy gidrokarbonat va ammoniy gidroksidni hosil qiladi:



Bu eritma amalda ammiakli bufer aralashmadan iborat bo'lib, uning pH qiymati 9,2 atrofida bo'ladi. Ammiakli bufer aralashmaning pH qiymatini quyidagicha aniqlash mumkin:

$$\text{pH} = 14 - \text{p}K_{\text{NH}_4\text{OH}} + \lg \frac{[\text{NH}_4\text{OH}]}{[\text{NH}_4^+]} = 9,245 + \lg \frac{[\text{NH}_4\text{OH}]}{[\text{NH}_4^+]}$$

$$(\text{MgOH})_2\text{CO}_3 \text{ va } \text{Mg(OH)}_2 \text{ cho'kishi } \frac{[\text{NH}_4\text{OH}]}{[\text{NH}_4^+]} \text{ bog'liq bo'lib,}$$

agar u birga teng yoki yaqin bo'lsa, eritmaning pH qiymati 9,2 atrofida bo'ladi. Eritma pH ining bunday qiymatlarida hosil bo'ladigan $(\text{MgOH})_2\text{CO}_3$, Mg(OH)_2 cho'kmalar erib ketadi, shuning uchun magniy to'lig'icha eritmada qoladi. Analitik kimyoda, odatda, 0,01 - 0,05 M eritmalar qo'llaniladi. Shuning uchun 0,01 M eritmada magniy gidroksid pH ning 10,4 qiymati cho'ka boshlaydi va pH=12,42 bo'lganda, u to'la cho'kadi. Buni eruvchanlik ko'paytmasi yordamida baholash mumkin:

$$K_s^\circ = [\text{Mg}^{2+}][\text{OH}^-]^2 = 6 \cdot 10^{-10}.$$

$$[\text{OH}^-] = \sqrt{\frac{K_s^\circ}{[\text{Mg}^{2+}]}} = \sqrt{\frac{6 \cdot 10^{-10}}{10^{-2}}} = 2,5 \cdot 10^{-4}.$$

Bundan

$$\text{pOH} = -\lg 2,5 \cdot 10^{-4} = 3,6$$

yoki

$$\text{pH} = 14 - 3,6 = 10,4.$$

Ikkinchi gruppa kationlarini gruppa reagenti ta'sirida cho'ktirish davomida eritmada ammoniy ionining konsentratsiyasi

ortib, $\frac{[NH_4OH]}{[NH_4^+]}$ kamayadi. Bu esa eritma pH qiymatining 9,245

dan biroz kamayishiga olib keladi. Agar cho'ktirish pH ning 9,2 dan kichik qiymatlarida amalga oshirilsa, ikkinchi grupp kationlari to'la cho'kmaydi. Shu bois bufer aralashmaning bufer sig'imi oshirilishi kerak. Buning uchun bufer aralashma tarkibidagi ammoniy xlorid va ammiak eritmalarining konsentratsiyalarini yuqoriroq qiymatlarda olish kerak. Amalda

$\frac{[NH_4OH]}{[NH_4^+]}$ nisbatning doimiyligini saqlash muhimdir. Buni

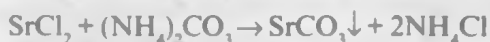
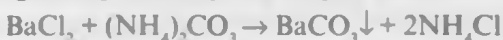
ta'minlash uchun eritmaga avval hid chiqqunga (ishqoriy muhit) qadar NH_3 , so'ngra biroz ammoniy xlorid eritmasi qo'shiladi. Bunda aralashmaning bufer sig'imi ortadi, ammo eritmaning pH qiymati amalda o'zgarmaydi.

Ikkinchi grupp kationlarini grupp reagenti ta'siridan cho'ktirganda shuni hisobga olish kerakki, quruq ammoniy karbonat omborda saqlanganda qisman parchalanib, karbamin kislotaning ammoniyli tuzini hosil qiladi, natijada karbonatning miqdori kamayadi:



Agar cho'ktirish yuqori haroratda (amalda 80 °C) bajarilsa, hosil bo'lgan ammoniy karbaminat suv bilan ta'sirlashib (teskari reaksiya), ammoniy karbonatga aylanadi. Bunda ikkinchi grupp karbonatlarining hosil bo'layotgan amorf cho'kmasi tezda kristal cho'kmaga aylanadi.

Ikkinchi grupp kationlariga grupp reagentining ta'sirini o'rganish uchun bariy, stronsiy va kalsiy xloridlarning 2-3 tomchi eritmasiga bir tomchidan 2 N ammiak va ammoniy xlorid eritmalaridan tomiziladi. So'ngra aralashmani suv hammomida qizdirgan holda unga ammoniy karbonat eritmasi ham tomiziladi. Bunda oq rangli bariy, stronsiy va kalsiy karbonatlar hosil bo'ladi:



Bu cho'kmalar kuchsiz karbonat kislota ($pK_1=6,35$; $pK_2=10,32$) tuzlari bo'lganligidan u kuchli xlorid va nitrat, shuningdek sirka ($pK=4,76$) kislotalarda eriydi:



2.11. Bariy kationining reaksiyalari

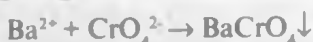
1. Ammoniy karbonat bariy ioni bilan sekin-asta yirik kristal cho'kmaga aylanadigan oq amorf cho'kma hosil qiladi:



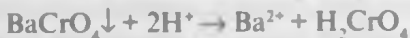
Cho'kma HCl, HNO₃ hamda CH₃COOH kislotalarda eriydi va H₂SO₄ eritmasi ta'siridan erimaydigan bariy sulfatga aylanadi.

Reaksiyani bajarish uchun 2-3 tomchi BaCl₂ yoki Ba(NO₃)₂ eritmasiga shuncha (NH₄)₂CO₃ eritmasidan qo'shiladi. Bunda oq amorf cho'kma hosil bo'ladi.

2. Kaliy xromat – K₂CrO₄ bariy ioni bilan HCl va HNO₃ kislotalarda eriydigan, biroq CH₃COOH da erimaydigan sariq cho'kma – BaCrO₄ hosil qiladi:

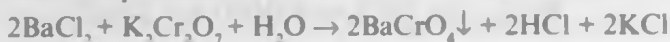


HCl da erishi:



Reaksiyani bajarish uchun 2-3 tomchi BaCl₂ eritmasiga shuncha K₂CrO₄ eritmasi tomiziladi, natijada sariq rangli cho'kma – BaCrO₄ hosil bo'ladi.

3. Kaliy dixromat – K₂Cr₂O₇ bariy ioni bilan sariq rangli BaCrO₄ cho'kma hosil qiladi:



Bu reaksiyada BaCrO₄ cho'kmasining hosil bo'lishi K₂Cr₂O₇ eritmasida doimo Cr₂O₇²⁻ iondan tashqari CrO₄²⁻ ionning mavjudligi bilan izohlanadi:



K₂Cr₂O₇ bariyni chala cho'ktiradi, chunki BaCrO₄ cho'kmasi reaksiya natijasida ajralib chiqayotgan kislota da eriydi. Shuning uchun ham kuchli kislotali eritmalar da bariy ionini K₂Cr₂O₇ to'la cho'ktirmaydi.

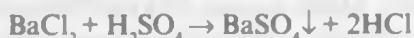
Bariy ionini amal da to'liq cho'ktirish uchun eritmaga CH₃COONa qo'shish zarur, bunda qo'shilgan CH₃COONa hosil bo'ladigan HCl ni neytrallab, kuchsiz sirka kislota hosil qiladi:



Shuni ta'kidlash kerakki, ikkinchi gruppaning boshqa kationlari $K_2Cr_2O_7$ bilan cho'kma hosil qilmaydi, ammo bundan kalsiy va stronsiy ishtirokida bariyni topish uchun foydalaniladi.

Reaksiyani bajarish uchun 2-3 tomchi $BaCl_2$ eritmasiga 1-2 tomchi CH_3COONa va 2-3 tomchi $K_2Cr_2O_7$ eritmasi tomiziladi.

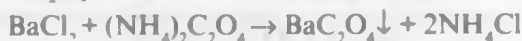
4. Sulfat kislota (yoki eruvchan sulfatlar) Ba^{2+} ioni bilan kislota va ishqorlarda erimaydigan oq cho'kma – $BaSO_4$ hosil qiladi:



Bariy ioni sulfat kislota yoki eruvchan sulfatlar ta'siridan tezda bariy sulfat cho'kmasini hosil qiladi.

Reaksiyani bajarish uchun 2-3 tomchi $BaCl_2$ eritmasiga shuncha H_2SO_4 , Na_2SO_4 yoki $(NH_4)_2SO_4$ qo'shiladi.

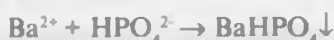
5. Ammoniy oksalat – $(NH_4)_2C_2O_4$ bariy ioni bilan HCl va HNO_3 kislotalarda qizdirilganda CH_3COOH da ham eriydigan oq kristal cho'kma – BaC_2O_4 hosil qiladi:



Cho'ktirish issiq eritmada sekin amalga oshirilsa, yirik kristal cho'kma sovuq eritmada bajarilsa, mayda kristal cho'kma hosil bo'ladi.

Reaksiyani bajarish uchun 2-3 tomchi $BaCl_2$ eritmasiga shuncha $(NH_4)_2C_2O_4$ eritmasi qo'shiladi.

6. Natriy gidrofosfat Na_2HPO_4 Ba^{2+} ioni bilan $pH=5-6$ bo'lganda HCl , HNO_3 va CH_3COOH kislotalarda eriydigan $BaHPO_4$ ning oq cho'kmani hosil qiladi:



$BaHPO_4$ ning CH_3COOH da erishishi kam dissotsilanadigan $H_2PO_4^-$ ioni hosil bo'lishi bilan tushuntiriladi:



Cho'kmaning erishi muhitga bog'liq bo'lib, $pH \leq 4$ bo'lganda cho'kma ancha eriydi, $pH < 3$ bo'lganda esa u to'liq erib ketadi. Neytral va ishqoriy muhitlarda o'rta tuz – $Ba_3(PO_4)_2$ hosil bo'ladi. Fosfatlarning hatto sirka kislota ham erishini kislotalarning kislotalik konstantalari qiymatlari orasidagi farqni:

$K_{CH_3COOH} > K_{H_2PO_4^-} > K_{HPO_4^{2-}}$ bilan tushuntirish mumkin

($K_{CH_3COOH} = 1,74 \cdot 10^{-5}$; $K_{H_3PO_4} = 6,2 \cdot 10^{-8}$; $K_{HPO_4^{2-}} = 4,4 \cdot 10^{-13}$).

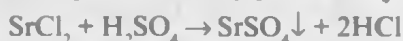
Sirka kislota fosfat kislotalarning birinchi bosqichga doir dissotsilanishidan ($K_{H_3PO_4} = 7,6 \cdot 10^{-8}$) kuchsiz, biroq ikkinchi va uchinchi bosqichlarga doir dissotsilanishidan ancha kuchli. Shuning uchun sirka kislota ta'siridan erkin ortofosfat kislota hosil bo'lmaydi. Kalsiy va stronsiy fosfatlarining eruvchanligi shunga mos ravishda tushuntirilishi mumkin.

Reaksiyani bajarish uchun $BaCl_2$ eritmasining 2-3 tomchisiga, shuncha Na_2HPO_4 eritmasidan tomiziladi.

7. Alanga rangining bo'yalishi. Bariyning uchuvchan tuzlari, masalan, $BaCl_2$, $Ba(NO_3)_2$ va boshqalar gorelkaning rangsiz alangasini yashil rangga bo'yaydi.

2.12. Stronsiy ionining reaksiyalari

1. Sulfat kislota va eruvchan sulfatlar Sr^{2+} bilan kislotalarda deyarli erimaydigan oq cho'kma (loyqa) – $SrSO_4$ hosil qiladi:



Bu cho'kma (loyqa) sekin hosil bo'ladi. Bu uni bariydan farqlab turadi. Agar eritma sekin loyqalanib, birozdan so'ng cho'kma hosil bo'lsa, bu eritmada bariy ionining yo'qligi va stronsiy ionining mavjudligini ko'rsatadi.

2. Gipsli suv, ya'ni $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ning suvdagi to'yingan eritmasi Sr^{2+} ion bilan oq rangli $SrSO_4$ cho'kmasini (loyqa) hosil qiladi. Buning sababi, gips suvda qiyin erisa-da, uning eruvchanlik ko'paytmasi

($K_s^\circ = 2,37 \cdot 10^{-5}$) $SrSO_4$ ning eruvchanlik ko'paytmasidan

($K_s^\circ = 3,2 \cdot 10^{-7}$) 74 marta ortiq. Shuning uchun $CaSO_4$ ning to'yingan eritmasidagi SO_4^{2-} ion konsentratsiyasi $SrSO_4$ ning eruvchanlik ko'paytmasi qiymatidan ortib ketishi uchun yetarlidir. Ammo SO_4^{2-} ionining konsentratsiyasi ancha kichik bo'ladi, shu bois reaksiya natijasida $SrSO_4$ ning cho'kmasi mo'l emas, balki sekin paydo bo'ladigan loyqasi hosil bo'ladi. Eritmani qizdirish loyqa hosil bo'lishini tezlashtiradi. $BaSO_4$ ning eruvchanlik ko'paytmasi ($K_s^\circ = 1,1 \cdot 10^{-10}$) $SrSO_4$ ning eruvchanlik ko'paytmasidan

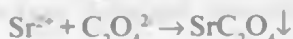
($K_s = 3,2 \cdot 10^{-7}$) kichik bo'lgani sababli, bariy tuzlari gipsli suv ta'siridan BaSO_4 cho'kmasini SrSO_4 cho'kmasidan farqli ravishda tez hosil qiladi. Bundan Sr^{2+} ionini CaSO_4 yordamida Ba^{2+} ionini ajratilgandan keyingina topish mumkin, degan xulosa kelib chiqadi.

3. Natriy gidrofosfat – Na_2HPO_4 Sr^{2+} ionini bilan $\text{pH}=5-6$ bo'lganda (kislotalarda, shu jumladan, sirka kislotada ham eriydigan) oq amorf cho'kma – stronsiy gidrofosfatni hosil qiladi:



$\text{pH} \leq 4$ bo'lganda gidrofosfat ion digidrofosfat ionga aylanishi tufayli cho'kma qisman eriydi. $\text{pH} < 3$ bo'lganda cho'kma to'liq erib ketadi. Neytral va ishqoriy muhitlarda o'rta tuz – $\text{Sr}_3(\text{PO}_4)_2$ hosil bo'ladi.

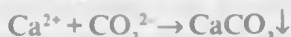
4. Ammoniy oksalat – $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ Sr^{2+} ionini bilan ta'sirlashib, mineral kislotalarda, qizdirilganda esa konsentrlangan sirka kislotada ham eriydigan oq kristal cho'kma – SrC_2O_4 hosil qiladi:



Cho'ktirish sovuq eritmalarda yoki cho'ktiruvchini tez qo'shib o'tkazilsa, mayda kristal, issiq eritmalarda yoki cho'ktiruvchi sekin qo'shib o'tkazilsa, yirik kristal cho'kma hosil bo'ladi.

2.13. Kalsiy kationining reaksiyalari

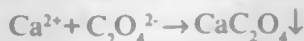
1. Ammoniy karbonat – $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ kalsiy ionini bilan qizdirilganda kristal holatiga o'tadigan oq amorf cho'kma – CaCO_3 hosil qiladi:



CaCO_3 cho'kmasi kuchli kislotalar va CH_3COOH da eriydi.

Reaksiyani bajarish. 2-3 tomchi CaCl_2 eritmasiga $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ eritmasidan 3-4 tomchi tomiziladi.

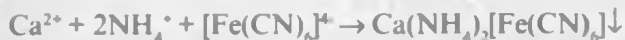
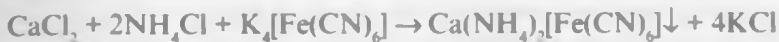
2. Ammoniy oksalat $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ Ca^{2+} ionini bilan qo'shilganda CaC_2O_4 ning oq mayda kristal cho'kmasini hosil qiladi:



CaC_2O_4 cho'kmasi kuchli kislotalarda eriydi, biroq CH_3COOH ($\text{pK}=4,76$) da erimaydi, chunki oksalat kislotasi sirka kislotadan kuchli ($\text{pK}_1=1,25$, $\text{pK}_2=4,27$), mineral kislotalardan kuchsizdir.

Reaksiyani bajarish. Bunda 1-2 tomchi CaCl_2 eritmasiga 2-3 tomchi $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ eritmasi qo'shiladi.

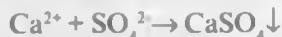
3. Kaliy geksatsianoferrat (II) – $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ammiakli bufer aralashma ishtirokida kalsiy ioni bilan qo'shaloq tuz – kalsiy va ammoniy geksatsianoferrat (II) ning oq cho'kmasini hosil qiladi:



Cho'kma mineral kislotalarda eriydi, lekin CH_3COOH da erimaydi. Ba^{2+} va Mn^{2+} ionlari ham shunga o'xshash cho'kmalar hosil qilib, Sr^{2+} ni topishga xalal beradi.

Reaksiyani bajarish. 1-2 tomchi CaCl_2 eritmasiga 2 tomchi NH_4Cl va 2 tomchi NH_4OH eritmasi qo'shib qizdiriladi, so'ngra unga yangi tayyorlangan $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ning to'yingan eritmasidan 3-4 tomchi qo'shiladi.

4. Sulfat kislota va eruvchan sulfatlar Ca^{2+} ioni bilan kalsiy tuzlarining faqat konsentrlangan eritmalaridan cho'kma hosil qiladi, chunki CaSO_4 suv va kislotalarda sezilarli darajada eriydi:



Bu reaksiyani mikrokristalloskopik reaksiya sifatida o'tkazish maqsadga muvofiq. Bunda mikroskop ostida $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ning oson farqlanadigan yirik kristallari hosil bo'ladi. CaSO_4 cho'kmasi $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ da erib, $(\text{NH}_4)_2[\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]$ kompleksni hosil qiladi. Kalsiy tuzlarining eritmaları bariy tuzlaridan farqli ravishda gipsli suv – CaSO_4 bilan cho'kma hosil qilmaydi.

5. Alanga rangining bo'yalishi. Kalsiyning uchuvchan tuzlari gaz gorelkasining rangsiz alangasini g'ishtsimon-qizil rangga kiritadi.

Ikkinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari 2.3-jadvalda keltirilgan.

2.14. Birinchi va ikkinchi analitik gruppalar kationlari aralashmasining analizi

2.3-jadvaldan ko'rinib turganidek, ikkinchi grupp kationlarining karbonat, fosfat, oksalat va sulfatlari suvda yomon eriydi. CaCrO_4 suvda yaxshi eriydi. Ikkinchi grupp kationlari sulfatlarining eruvchanligi $\text{BaSO}_4 < \text{SrSO}_4 < \text{CaSO}_4$ qatorda ortib borishini mos ravishda ularning eruvchanlik ko'paytmalari qiymatlaridan ham ko'rsak bo'ladi:

$$K_{\text{BaSO}_4}^\circ = 1,1 \cdot 10^{-10}, K_{\text{SrSO}_4}^\circ = 3,2 \cdot 10^{-7}, K_{\text{CaSO}_4}^\circ = 2,37 \cdot 10^{-5}.$$

Kationlarning o'rganilgan reaksiyalari asosida ular aralashmalarining analizi turlicha natija berishi mumkinligini ko'ramiz. Birinchi va ikkinchi gruppalar kationlari aralashmasi bir jinsli (cho'kmasiz eritma) yoki ikki jinsli (cho'kmali eritma) shaklida bo'lishi mumkin. Aralashma bir jinsli bo'lsa, analiz ancha yengil o'tadi. Agar aralashma tarkibi cho'kma va eritmadan iborat bo'lsa, analiz murakkablashadi. Murakkablashish cho'kmani eritish, uni analiz uchun qulay shaklga o'tkazish va boshqalar bilan bog'liq bo'ladi. Biz analiz usullari orasidan eng sodda va qulayini tanlab, shu usul ustida to'xtalamiz.

Har qanday moddani (aralashmani) sistematik analiz qilishdan oldin taxminiy sinashlar o'tkaziladi (darslik, 2003, 51-53- betlar).

1. Taxminiy sinashlar: a) *eritma pH qiymatini aniqlash* uchun universal indikator qog'ozidan foydalaniladi; b) ikkinchi analitik grupp kationlari borligini tekshirish grupp reagenti – $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ va ammiakli bufer aralashma ishtirokida olib boriladi. Bunda eritmaga ammoniy ioni qo'shilayotganligi uchun ham analizni boshlashdan oldin NH_4^+ ioni topilishi kerak. NH_4^+ ionini topish uchun ishqor eritmasi yoki Nessler reaktivi ta'sirida boradigan sifat reaksiyalardan foydalaniladi; d) agar tekshiriladigan eritma ostida cho'kma bo'lsa, cho'kma tarkibida birinchi va ikkinchi gruppalar kationlarining suvda erimaydigan tuzlari bo'lishi mumkin. Bu tuzlarning sulfatlardan tashqari barchasi sirka yoki suyultirilgan xlorid kislotada eritmalarida eriydi. Cho'kma tarkibida sulfatlar borligini tekshirib ko'rish uchun tekshiriladigan aralashma astoydil chayqatilib, hosil qilingan loyqadan 2-3 tomchi olinadi va unga 3-4 tomchi 2 N HCl eritmasi tomiziladi. Agar cho'kma to'liq erimasa, tekshiriladigan cho'kmali eritma

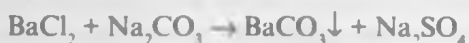
tarkibida sulfatlar bor, deyish mumkin. Cho'kma tarkibida sulfatlar bo'lsa, ikkinchi analitik grupp kationlari kalsiy, stronsiy va bariy shu cho'kma bilan ajratiladi; e) *ikkinchi grupp kationlarining mavjudligini tekshirish* uchun aralashmaning bir qismiga (agar unda cho'kma bo'lmasa) grupp reagenti ta'sir ettiriladi. Agar oq cho'kma hosil bo'lsa, demak, bu ikkinchi grupp kationlarining borligini ko'rsatadi.

2. Birinchi va ikkinchi gruppalar kationlari aralashmasini analiz qilish tartibi. Tekshiriladigan aralashma tarkibida cho'kmaning bo'lish yoki bo'lmasligiga qarab analiz tartibi o'zgaradi. Agar tekshiriladigan aralashma tarkibida cho'kma bo'lmasa, ikkinchi grupp kationlari grupp reagenti ta'siridan $\text{pH} \sim 9,2$ bo'lganda to'la cho'ktirib ajratiladi va alohida-alohida tekshiriladi. Birinchi analitik grupp kationlarining analizi yuqorida (2.1.1.1.6.) bayon qilingan. Ikkinchi analitik grupp kationlari cho'kmasi analizi (3-band)da keltirilgan. Agar aralashmada cho'kma bo'lsa, analiz tartibi quyidagicha bo'ladi.

1. Sulfatlarni ajratish. Tekshiriladigan aralashmada sulfatlar borligi aniqlansa, eritmadan 0,5-1 ml olinib, unga 5-6 tomchi 6 N H_2SO_4 eritmasi, bir necha millilitr 96 % li etil spirti qo'shiladi va aralashma 60-80 °C haroratda qizdiriladi. Bunda ikkinchi grupp kationlarining to'la cho'kishiga erishiladi. So'ngra cho'kma sentrifugalab ajratiladi. Cho'kma spirt bilan ajratilgandan keyin uning tarkibini tekshirish uchun sulfatlar natriy yoki kaliy karbonatning to'yingan eritmasi yoxud qattiq tuzlari bilan yuqori haroratda ishlanadi.

2. Sulfatlarni karbonatlarga aylantirishning ikki usuli mavjud.

Birinchi usul. Sulfatlar cho'kmasini chinni kosacha yoki tigelga o'tkazib, unga nisbatan o'n hissa ko'p Na_2CO_3 yoki K_2CO_3 bilan birga qizdirilganda sulfatlar quyidagi reaksiya bo'yicha karbonatlarga aylanadi:



Hosil qilingan qotishmani bir necha marta distillangan suv bilan yuvib, undagi natriy sulfat va ta'sirlashmay qolgan natriy karbonat to'liq ajratib olinadi. Sulfat va karbonatlar to'liq ajratilganligini tekshirish uchun yuvindi suvga kislotali muhitga keltirilgan BaCl_2 eritmasi qo'shib ko'riladi. Agar cho'kma hosil bo'lmasa, natriyning sulfat va karbonati to'la ajratilgan hisoblanadi. Karbonatlar cho'kmasi sirka kislotada eritilib, undan ikkinchi grupp kationlari topiladi.

Ikkinchi usul. II grupp kationlari sulfatlarining to'liq cho'ktirib ajratilganiga ishonch bo'lmasa, sulfatlari ajratilmagan tekshiriladigan aralashma ikkiga bo'linib, ikkita chinni kosachaga solinadi. Chinni kosachalar raqamlanadi. Birinchi chinni kosachadagi cho'kmali eritmaning hajmidan 2-3 marta ko'p to'yingan natriy karbonat, ikkinchi kosachadagi eritmaga shuncha miqdor to'yingan kaliy karbonatning eritmalaridan qo'shib, aralashmalar qaynaguncha qizdiriladi. Aralashmalar 20-30 daqiqa qaynatilganda ikkinchi grupp kationlari sulfatlarining bir qismi yuqoridagi reaksiya bo'yicha karbonatlarga aylanadi. Eritmalarga o'tgan sulfat ion to'kib tashlanadi. Qoldiqlar yana bir necha marta to'yingan natriy karbonat va kaliy karbonat eritmaları bilan (mos ravishda) ishlanib, suyuqliklar ketma-ket to'kib tashlanadi. Bunda yana ikkinchi grupp kationlarining karbonatlari va magniyning gidrokarbonati cho'kmada qoladi. Hosil qilingan karbonatlar va gidrokarbonat filtrlab yoki sentrifugalab ajratiladi. Qoldiqlar cho'kma tarkibida biroz Na_2CO_3 yoki K_2CO_3 bo'lgan suv bilan (mos ravishda) astoydil yuvilsa, cho'kmalar toza karbonatlar va gidrokarbonatlardan iborat bo'lib qoladi. Cho'kmadan sulfatlarning to'liq ajratilganini tekshirib ko'rish uchun distillangan suv bilan oxirgi marta yuviladi va yuvindiga xlorid kislotali bariy xlorid eritmasi tomiziladi. Tomchi tushgan joy loyqalanmasa, demak, sulfatlar to'liq ajratilgan deyish mumkin. Qoldiqlardan (1-cho'kma) Ca^{2+} , Sr^{2+} va Ba^{2+} ionlari topiladi.

Sulfatlarning karbonatlarga o'tishi sababini ularning eruvchanlik ko'paytmalari qiymatlarini taqqoslash orqali bilib olish mumkin:

$$K_{s, \text{CaCO}_3}^{\circ} = 4,8 \cdot 10^{-9}, \quad K_{s, \text{CaSO}_4}^{\circ} = 2,37 \cdot 10^{-5}; \quad K_{s, \text{SrCO}_3}^{\circ} = 1,1 \cdot 10^{-10},$$

$$K_{s, \text{SrSO}_4}^{\circ} = 3,2 \cdot 10^{-7}, \quad K_{s, \text{BaCO}_3}^{\circ} = 5,1 \cdot 10^{-9}, \quad K_{s, \text{BaSO}_4}^{\circ} = 1,1 \cdot 10^{-10}.$$

Kalsiy va stronsiy karbonatlarining eruvchanlik ko'paytmalari kalsiy va stronsiy sulfatlarinikidan ancha kichik bo'lganligidan kalsiy va stronsiy sulfatlari osongina karbonatlarga aylanadi. Biroq bariy karbonatning eruvchanlik ko'paytmasi qiymati bariy sulfatnikidan qariyb ellik marta katta bo'lganligi uchun almashinish reaksiyasi tufayli hosil bo'ladigan bariy karbonat juda oz miqdorda bo'ladi. Shuning uchun cho'kma ko'p marta natriy yoki kaliy karbonat bilan ishlanishi va har bir ishlovdan keyin eritma cho'kmadan ajratilishi shart. Ishlov uchun olinayotgan karbonatning konsentratsiyasi sulfat konsentratsiyasidan

kamida 50 marta ortiq bo'lishi kerak (karbonatlar va sulfatlar eruvchanlik ko'paytmalari orasidagi farq qiymaticha).

Karbonatlarga aylantirilgan ikkinchi grupp kationlari cho'kmasi sirka kislotada eritib tekshiriladi.

3. II grupp kationlari aralashmasining sistematik analizi. Ammiakli bufer aralashma ishtirokida grupp reagenti ta'siridan ajratilgan yoki sulfatlar karbonatlarga aylantirilgandan keyin olingan BaCO_3 , SrCO_3 va CaCO_3 cho'kmalari 2 N CH_3COOH eritmasi yordamida eritiladi.

1. Ba^{2+} ionini topish va ajratish. Eritmadan 2-3 tomchi olib, unga $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{CH}_3\text{COONa}$ ta'sir ettiriladi. Agar sariq cho'kma – BaCrO_4 hosil bo'lsa, eritmada Ba^{2+} bo'ladi. Ba^{2+} ionini Sr^{2+} va Ca^{2+} ionlarini topishga xalaqit qiladi. Shuning uchun agar eritmada Ba^{2+} bo'lsa, uni eritmadan ajratish zarur. Buning uchun ikkinchi grupp kationlari aralashmasi eritmasining bir qismiga (ikkinchi qismi qo'shimcha tekshirish uchun olib qo'yiladi) $\text{pH}=4-5$ bo'lganda $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{CH}_3\text{COONa}$ ta'sir ettirib, BaCrO_4 cho'ktiriladi. Cho'kmali aralashma 1-2 daqiqa davomida suv hammomida qizdiriladi. So'ngra cho'kma sentrifuga yordamida to'liq ajratib olinadi. Eritmada Ba^{2+} bo'lmasa, bu bosqich tushirib qoldiriladi.

2. Sr^{2+} va Ca^{2+} ionlarini cho'ktirish. Ba^{2+} ionini cho'ktirish maqsadida eritmaga qo'shilgan ortiqcha $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ rangli bo'lganligidan analizga xalaqit qiladi. Shu bois eritmadagi Sr^{2+} va Ca^{2+} ionlarini cho'ktirish zarur bo'ladi. Buning uchun eritmaga $\text{pH}<10$ bo'lguncha qattiq Na_2CO_3 qo'shib, aralashma suv hammomida 2-3 daqiqa qizdiriladi. Hosil bo'lgan SrCO_3 va CaCO_3 cho'kmalar sentrifugalab ajratiladi, so'ngra cho'kma yuviladi.

3. Sr^{2+} ionini topish va ajratish. SrCO_3 va CaCO_3 cho'kmalari 2 N CH_3COOH eritmasida eritiladi. CH_3COOH da eritib olingan eritmaning 1-2 tomchisiga CaSO_4 ning to'yingan eritmasidan 2-3 tomchi qo'shib, suv hammomida qizdirilganda SrSO_4 ning oq loyqasi hosil bo'lsa, demak, eritmada Sr^{2+} bor deyish mumkin. Eritmaga CaSO_4 qo'shganda cho'kma darhol hosil bo'lsa, bu Ba^{2+} ionining to'liq ajratilmaganligini ko'rsatadi. Agar eritma yana 8-10 daqiqa qizdirilganda u loyqalanmasa, demak, Sr^{2+} qolmaganiga ishonch hosil qilish mumkin. Eritmada Sr^{2+} bo'lsa, uni eritmadan ajratish kerak bo'ladi. Buning uchun tarkibida Sr^{2+} va Ca^{2+} ionlari bo'lgan eritmaga bir necha tomchi ammiak ishtirokida $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ eritmasidan 10-15 tomchi solinadi va qizdirib turib, CaSO_4 cho'kmasi hosil qilinadi. CaSO_4 ning eruvchanlik ko'paytmasi SrSO_4 dan ~ 74

marta katta bo'lganligidan bu sharoitda CaSO_4 amalda cho'kmaydi. Ammo, cho'kma sentrifugalab ajratib olsa bo'ladi. Sentrifugat Ca^{2+} ionini topish uchun ishlatiladi. Agar eritmada Sr^{2+} bo'lmasa, bu bosqich tushirib qoldiriladi.

4. Ca^{2+} ionini topish. Sentrifugatga 4-5 tomchi $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ eritmasidan qo'shib qizdirilganda, oq CaC_2O_4 cho'kmaning hosil bo'lishi Ca^{2+} ionining borligidan darak beradi. Agar bunda oq cho'kma tushmasa, demak, eritmada Ca^{2+} ionni yo'q ekan, deyish mumkin.

Birinchi va ikkinchi gruppalar kationlari aralashmasi analizining sxemasi 2.1-jadvalda keltirilgan.

2.1-jadval

I va II gruppalar kationlari aralashmasi analizining sxemasi

Amal	Reagent	Ionlar		
NH_4^+ ni topish	NaOH , t° KOH , t°	NH_3 - Ammiak hidi	$\text{Mg}(\text{OH})_2$, qisman $\text{Ba}(\text{OH})_2$, $\text{Sr}(\text{OH})_2$, $\text{Ca}(\text{OH})_2$	Eritma tashlab yuboriladi
II grupp kationlarini ajratish	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ + $\text{NH}_3 + \text{NH}_4\text{Cl}$	I-cho'kma BaCO_3 , SrCO_3 , CaCO_3	I-eritma K^+ , Na^+ , Li^+ , Mg^{2+}	
Karbonatlarni eritish	CH_3COOH	Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} BaCrO_4		
Ba^{2+} ni topish	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ + $+\text{CH}_3\text{COONa}$	Sariq cho'kma	Sr^{2+} , Ca^{2+}	
SrCO_3 , CaCO_3 ni cho'ktirish	Na_2CO_3 yoki K_2CO_3	SrCO_3 , CaCO_3 Oq cho'kma		
SrCO_3 , CaCO_3 ni eritish	CH_3COOH	Sr^{2+} , Ca^{2+}		
Sr^{2+} ni topish	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, kons. eritma	SrSO_4 Oq cho'kma	Ca^{2+}	
Ca^{2+} ni topish	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ yoki $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$		CaC_2O_4 yoki $\text{CaK}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ Oq cho'kmalar	

III BOB

3. UCHINCHI GRUPPA KATIONLARINING REAKSIYALARI

Uchinchi analitik grupp kationlari qatoriga alyuminiy, rux, marganets (II), temir (III), temir (II), xrom (III), titan (IV), nikel (II), kobalt (II), berilliy, sirkoniy (IV), uranil (II), galliy (III), ittriy (III), indiy (III), lantan (III), gafniy (IV), aktiniy (III), seriy (III), toriy (IV), skandiy (III) va boshqa kationlar kiradi. Ular ammiakli bufer aralashma ishtirokida grupp reagenti – ammoniy sulfid ta'siridan gidroksid va sulfidlar shaklida cho'kadi. Uchinchi grupp kationlari I va II gruppalar kationlaridan sulfidlarining $\text{pH} \sim 9,2$ bo'lgan sharoitda suvda erimasligi bilan farq qiladi. Bu grupp kationlarining sulfidlari suyultirilgan kislotalar eritmalarida eriydi. Kationlarni ammiakli bufer aralashma ishtirokida grupp reagenti bilan qizdirib turgan holda cho'ktirganda alyuminiy, xrom (III) va titan (IV) kationlarining gidroksidlari kam eruvchanligi uchun gidroksidlar shaklida cho'kadi. Gidroksidlar shaklida, shuningdek, uchinchi grupp kationlari qatoriga kiradigan, lekin bizning ko'rib chiqish doiramizga kirmaydigan berilliy, sirkoniy, lantan (III), skandiy (III) va boshqa kationlar ham cho'kmaga tushadi. Bundan tashqari, bu kationlar sulfidlari qaytmas gidrolizga uchraydi. Shunday sharoitda qolgan kationlar sulfidlar shaklida cho'kadi.

Uchinchi analitik grupp kationlarining grupp reagenti ta'siridan hosil qilgan birikmalari birinchi va ikkinchi. analitik grupp kationlaridan farqli ravishda gidrolizga turlicha uchraydi. Bu grupp kationlarining ko'pchiligi oksidlanish-qaytarilish (Mn, Fe, Cr, Ce, Co, Ni, Ti) va komplekslar hosil qilish (Al, Zn, Fe, Cr, Co, Ni va hokazo) reaksiyalariga kirishadi. Ularning ayrimlari (alyuminiy, berilliy, rux, xrom (III) va hokazo) bu xossalardan tashqari amfoterlik xossalari bilan ham farqlanadilar. Kationlarning ko'rsatib o'tilgan xossalari ularni topish, aniqlash, niqoblash va hokazo uchun ishlatiladi.

Uchinchi grupp kationlarining ko'pchiligi rangli birikmalar hosil qiladi. Cr (III) – yashil yoki binafsha, Cr (VI) – sariq, Co – qizil yoki pushti, Ni – yashil, Mn (II) – pushti, Mn (IV) – qora-qo'ng'ir, Mn (VI) – yashil, Mn (VII) – qizil-binafsha, $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ – qizg'ish, FeAsO_4 – yashil, FeBr_2 – qizil, FeCl_3 – jigarrang-sariq, $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$, $\text{Fe}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$ va $\text{Co}(\text{SCN})_2$ – ko'k va hokazo.

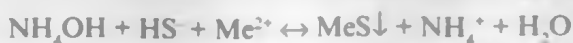
Oksidlovchi va qaytaruvchilar ishtirokida Cr (III) va Cr (VI), Fe (II) va (III), Mn (II), Mn (IV) va Mn (VII), Co (II) va (III), Ni (II) va (III) ionlar beqaror bo'lib, tezda o'z oksidlanish darajasini o'zgartiradi. Fe^{3+} , Al, Cr^{3+} , Be, Ti^{4+} va boshqa bir qator ionlar Na_2HPO_4 ta'siridan suvda va sirka kislotada kam eriydigan fosfatlar, CH_3COONa ta'siridan oksiatsetatlar, $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$ ta'siridan esa gidroksidlar hosil qiladi. Fe^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} va Co^{2+} ionlari Na_2HPO_4 ta'siridan sirka kislotasida eriydigan cho'kmalar hosil qiladi, ammo CH_3COONa ta'siridan oksiatsetatlar va $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$ ta'siridan gidroksidlar hosil qilmaydi.

3.1. Gruppa reagentining ta'siri

Uchinchi gruppa kationlarini I va II gruppa kationlaridan ajratish uchun ionlar aralashmasiga ammiakli bufer eritma ishtirokida ($\text{pH} \sim 9,2$) gruppa reagenti – ammoniy sulfid yoki ishqoriy muhitda vodorod sulfid ta'sir ettiriladi. Vodorod sulfid bilan III gruppa kationlari $\text{pH} \geq 8,7$ bo'lgandagina to'liq ajraladi. Bu gruppa kationlarining eritmalarida tuzlarning gidrolizi tufayli $\text{pH} < 7$ bo'ladi. Shu bois uchinchi gruppa kationlarini cho'ktirish uchun pH ni 8-9 oralig'ida ushlab turadigan ammiakli bufer aralashmadan foydalaniladi. Yuzaki qaraganda ammiakli bufer aralashmani ishlatishga hojat yo'qday ko'rinadi, chunki ammoniy sulfid eritmada birinchi bosqichdayoq deyarli (100 %) gidrolizlanib, ammoniy gidrosulfid va ammoniy gidroksidni hosil qiladi:



Bu eritma amalda ammiakli bufer aralashmadan iborat bo'lib, uning pH qiymati 9,25 bo'ladi. Aslini olganda eritmaning pH qiymatini doimiy saqlab turish juda muhimdir, yuqorida aytilganiday uchinchi gruppa kationlarining tuzlari kislotali gidrolizlanadi. Bundan tashqari, IV va V gruppa kationlarini cho'ktirganda eritmaga HCl qo'shilgan bo'ladi. Gidroliz natijasida hosil bo'lgan va qo'shilgan kislota ammiak bilan ta'sirlashib, uning konsentratsiyasini kamaytiradi:



Demak, mazkur reaksiyalarga sarflangan ammiakning miqdorini amalda doimiy saqlab turish uchun ammiakli bufer aralashmaning bufer sig'imi katta bo'lishi kerak.

Odatda, ammoniy sulfid havo kislorodi ta'siridan oksidlanishi natijasida uning tarkibida ammoniy polisulfid – $(\text{NH}_4)_2\text{S}_n$ ham bo'ladi. Kislotali muhitda polisulfidlardan oltingugurt ajralib chiqib, sulfidlar cho'kmasini ifloslantiradi:



Shularni hisobga olib, aralashma analiz qilinayotganda, avvalo, eritmadagi kislotani ammiak bilan neytrallash kerak. Ammiak eritmasi ta'siridan magniyning gidroksidi cho'kishi mumkinligini e'tiborga olib, eritmaga ammiak bilan birga magniy gidroksid cho'kmasi hosil bo'lishining oldini oladigan miqdorda ammoniy xlorid ham qo'shish kerak. Ammoniy xlorid qo'shishning yana bir foydali tomoni uning koagulant ekanligidir. Ammoniy xlorid sulfidlarning, jumladan, nikel sulfidi va boshqalarning koagulanishini ta'minlaydi. Koagulyatsiyani harorat kuchaytirgani uchun cho'ktirish issiq eritmalarda o'tkaziladi.

Gruppa reagenti yuqorida ko'rsatilgan sharoitda ta'sir ettirilganda, ta'kidlanganiday, alyuminiy, xrom (III) va titan (IV) singari ionlar gidroksidlar shaklida, qolganlari esa sulfidlar shaklida cho'kadi.

Alyuminiy, xrom va boshqa ionlarning gidroksidlar hosil qilib cho'kishini quyidagi tenglamalardan ko'rish mumkin:



Gruppa reagenti ammoniy sulfid kislorod ta'siridan qisman oksidlanib, oz miqdorda ammoniy sulfat hosil qiladi. Ammiakli bufer va eritmani neytrallash uchun ishlatiladigan ammiak, havodan karbonat angidridni yutganligi uchun uning tarkibida oz miqdorda ammoniy karbonat bo'lishi mumkin. Bu moddalar ta'sirida va birgalashib cho'kish tufayli uchinchi gruppa kationlarining gidroksid va sulfidlari bilan bir qatorda ikkinchi gruppa kationlari ham qisman sulfat yoki karbonat holida cho'kishi mumkin.

Uchinchi analitik gruppa kationlarining gidroksid va sulfidlari cho'kmalariga darhol suyultirilgan xlorid yoki sulfat kislota eritmasi ta'sir ettirilsa, cho'kmalar erib ketadi. Agar cho'kmalar aralashmasiga suyultirilgan xlorid kislota eritmasi muayyan vaqt

(30 daqiqa)dan so'ng ta'sir ettirilsa, nikel va kobalt sulfidlari erimaydi. Bunga sabab, shu kationlar sulfidlarining α shakldan ($K_{s,\alpha-NiS}^o = 3,2 \cdot 10^{-19}$, $K_{s,\alpha-CoS}^o = 4 \cdot 10^{-21}$) β shaklga ($K_{s,\beta-NiS}^o = 1 \cdot 10^{-24}$,

$K_{s,\beta-CoS}^o = 2 \cdot 10^{-25}$) o'tishidir. Ularning bu xossalari kobalt va nikel sulfidlarini boshqa sulfidlardan ajratishda ishlatiladi.

Ayrim sulfidlarga kislotalar ta'sir ettirganda, sulfidlarning erishi bilan bir vaqtda, oksidlanish-qaytarilish reaksiyasi tufayli metall ionning qaytarilishi va erkin oltingugurtning ajralishi ham kuzatiladi:



α shakldan β shaklga o'tgan CoS va NiS cho'kmalarini eritishda issiq kislota eritmasidan tashqari, oksidlovchi talab etiladi, bunda ham erkin oltingugurt ajralib chiqadi:



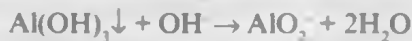
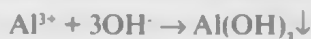
Bunday sulfidlarni eritishda 6 N HNO₃ ta'sir ettirsa ham shunday holatni ko'rish mumkin:



Eritmaga kaliy yoki natriy nitrit kristallaridan bir nechtasini tashlash ham reaksiyani tezlashtiradi. Ularni zar suvida eritish mumkin.

3.2. Alyuminiy kationining reaksiyalari

1. O'yuvchi ishqorlar alyuminiy ioni bilan ta'sirlashganda avval oq rangli Al(OH)₃ cho'kmasi hosil bo'lib, ishqor eritmasidan ko'proq qo'shilsa, alyuminiy va alyuminiy gidroksidning amfoterligi tufayli cho'kma erib ketadi:



Al(OH)₃ ni to'la cho'ktirishda eritmaning pH qiymati 5 atrofida bo'lishi kerak. Alyuminiy va Al(OH)₃ cho'kmasining amfoterligini tekshirish uchun ko'proq ishqor qo'shib, hosil bo'lgan eritmaga tomchilatib suyultirilgan xlorid kislota eritmasi qo'shilsa, avval Al(OH)₃ cho'kmasi hosil bo'ladi, so'ngra ko'proq kislota qo'shilsa, u erib ketadi:



Reaksiyani Al(OH)_3 hosil bo'lish bosqichida to'xtatish uchun eritmaning pH qiymatini 5 gacha pasaytiradigan reagent qo'shish kerak. Bunday reagent sifatida ammoniy xloridni qo'llash mumkin. Eritmadagi ammoniy ion ishqorning OH^- ionini biriktirib NH_4OH hosil qiladi, natijada pH qiymati ~9,2 bo'lgan ammiakli bufer aralashma yuzaga keladi. Bu sharoitda hosil bo'lgan Al(OH)_3 cho'kmasi erimaydi. Bu reaksiya ko'pincha aralashmadagi alyuminiy ionini topish uchun sistematik analizda qo'llaniladi. Reaksiyaning ishonchliligini oshirishda aralashma eritmasi muayyan muddat qaynatiladi, bunda ammiak uchib ketadi va eritmaning pH qiymati ko'tarilib ketmaydi.

Reaksiyani bajarish uchun 4-5 tomchi alyuminiy tuzi eritmasiga 1 tomchi 2 N NaOH eritmasini tomizing. Hosil bo'lgan loyqa eritmaning bir qismini olib, unga xlorid kislotasi eritmasidan bir necha tomchi tomizib, loyqaning erib ketishini kuzating. Loyqa eritmaning ikkinchi qismiga ham bir necha tomchi ishqor eritmasidan tomizib ko'ring. Bunda ham loyqa erib ketadi.

2. Ammiak – NH_4OH ta'siridan alyuminiy ammoniy tuzlarida erimaydigan Al(OH)_3 cho'kmasi hosil qiladi:



3. Ammoniy sulfid – $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ gidrolizlanib, NH_4HS va NH_4OH hosil qiladi. Gidroliz reaksiyasi natijasida hosil bo'lgan NH_4OH alyuminiy gidroksid shaklida cho'ktiradi:



4. Natriy, kaliy karbonat tuzlari suvli eritmalarda ishqorli gidrolizlangani uchun alyuminiy ioniga ta'sir ettirilganda alyuminiy gidroksid hosil bo'ladi:



5. Natriy atsetat – CH_3COONa alyuminiy tuzlari eritmaları bilan oq rangli pag'asimon (bodroqsimon) cho'kma hosil qiladi:



Hosil bo'lgan oksiatsetat sirka va mineral kislotalarda eriydi. Reaksiya ancha suyultirilgan eritmalarda yuqori haroratda tez boradi.

6. Natriy gidrofosfat – Na_2HPO_4 alyuminiy ioniga ta'sir etganda oq rangli AlPO_4 cho'kma hosil bo'ladi:

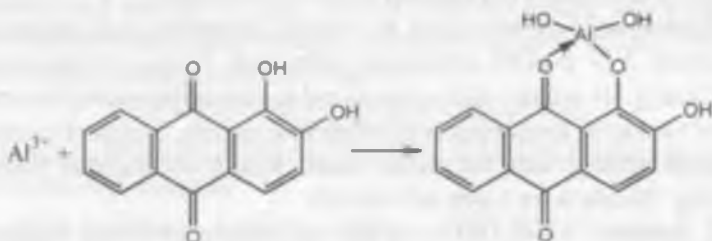


Ma'lum bo'lishicha, gidrofosfat eritmasida amalda fosfatli bufer aralashma ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NaH}_2\text{PO}_4$) hosil bo'lib, uning pH qiymati 6,6 atrofida bo'ladi.

Fosfat tuzi quyidagi reaksiya natijasida hosil bo'ladi:



7. Alizarin (dioksiantraxinon) – $\text{C}_{14}\text{H}_6\text{O}_2(\text{OH})_2$ alyuminiy tuzi va ammiak eritmasi bilan qaynatilganda, to'q sariq-qizil rangli ichki kompleks birikma – «alyuminiyli alizarin loki»ni hosil qiladi:



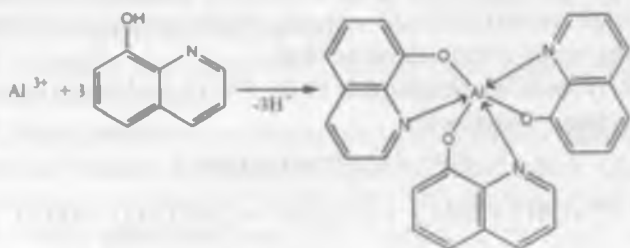
Alyuminiyli lok sirka kislota erimaydi. Eritma sovigach, cho'kmaga biroz sirka kislota qo'shilsa, rang intensivligining pasayishini kuzatish mumkin.

Reaksiyani bajarish. Probirkaga 2 tomchi alyuminiy tuzi eritmasi va 3 tomchi ammiak eritmasi tomizib hosil qilingan $\text{Al}(\text{OH})_3$ cho'kmasiga yangi tayyorlangan alizarin eritmasidan ham bir necha tomchi tomiziladi. Aralashma qaynatilganda cho'kma hosil bo'ladi.

Yaxshi natijaga erishish uchun reaksiyani tomchi usulida bajarish maqsadga muvofiq. Masalan, tekshiriladigan eritmaning bir tomchisi filtr qog'oziga tomiziladi va chinni kosacha ustida ammiak bug'lari bilan ishlanadi. Natijada filtr qog'ozida hosil bo'lgan $\text{Al}(\text{OH})_3$ dog'i alizarinning spirtidagi eritmasi bilan ho'llanib, yana ammiak bug'lari bilan ishlansa, qizg'ish alyuminiyli lok hosil bo'lganini ko'ramiz. Agar filtr qog'ozini quritilsa, rang yanada sezilarli ko'rinadi. Bunday reaksiyaga temir, marganets, uranil va xrom kirishib, rangli alizarin loklarini hosil qiladi. Bu ionlarni cho'ktirib ajratish uchun filtr qog'ozini avval $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ eritmasi bilan ho'llanadi va asta quritiladi. So'ngra filtr qog'oziga aralashmadan bir necha tomchi tomizilsa, ferrosianid

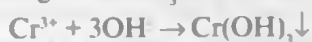
ta'siridan cho'kadigan uchinchi grupp kationlari nam dog'ning markazida qoladi. Alyuminiy ioni esa diffuziya tufayli dog'ning chetiga suriladi. Agar dog'ning chetlari alizarinning spirtli eritmasi bilan ishlansa, sariq-qizil rangli alyuminiyli alizarin lokining hosil bo'lganini ko'ramiz.

8. 8-oksixinolin – $C_8H_6N(OH)$ pH=5 bo'lganda (atsetatli bufer aralashma ishtirokida) yashil-sariq alyuminiy oksixinolyat kristallari hosil qiladi:



3.3. Xrom (III) kationining reaksiyalari

1. O'yuvchi ishqorlar xrom (III) tuzlari bilan kulrang-binafsha yoki kulrang-yashil rangli $Cr(OH)_3$ cho'kmani hosil qiladi:



Ishqor mo'l qo'shilganda cho'kma erib ketadi va och yashil rangli xromit eritmasi hosil bo'ladi:



Aluminatlardan farqli ravishda xromitlar qaynatilganda parchalanib, yana $Cr(OH)_3$ cho'kmani hosil qiladi:



2. Ammiak eritmasi xrom (III) ioni bilan $Cr(OH)_3$ cho'kmasini hosil qiladi. To'la cho'kish pH~6 bo'lganda amalga oshadi. Ammiakli bufer aralashma muhitida ham to'la cho'kishga erishiladi.

3. Kuchsiz kislotalarning tuzlari xrom (III) ioni bilan gidroliz reaksiyalari tufayli $Cr(OH)_3$ cho'kmasini hosil qiladi (alyuminiyning shunday reaksiyalariga qarang).

4. Natriy atsetat alyuminiy va temir (III) ionlaridan farqli ravishda xrom (III) ionini hatto eritma qaynatilganda ham cho'ktirmaydi.

Al^{3+} va Fe^{3+} ionlar ishtirokida hosil bo'ladigan cho'kma ham xromning to'liq cho'kishini ta'minlamaydi.

5. Natriy gidrofosfat bilan xrom (III) ionini xrom (III) fosfat cho'kmasini hosil qiladi. Hosil bo'lgan cho'kma kislota va ishqorlarda eriydi.

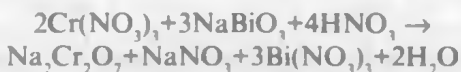
6. Xrom (III) ionini oksidlash natijasida xrom (VI) ionini hosil bo'ladi. Xrom (III) va xrom (VI) ionlarning ranglari har xil bo'lganligi sababi oksidlanish reaksiyasidan xrom (III) ionini topishda foydalanish mumkin. Xrom (III) ionini ishqoriy muhitda oksidlaganda xromatlar (sariq rangli eritma), kislotali muhitda oksidlaganda esa dixromatlar (to'q sariq rangli eritma) hosil bo'ladi.

Ishqoriy muhitda oksidlashda H_2O_2 , Na_2O_2 va bromli suv singari oksidlovchilar ishlatiladi:



Reaksiyani bajarishda 2-3 tomchi xrom (III) tuzi eritmasiga 3-4 tomchi 2 N NaOH, 2-3 tomchi 3 %li H_2O_2 tomizib, eritmaning yashil rangi sariqqa o'tguncha qizdiring.

Kislotali muhitda oksidlash uchun oksidlovchi sifatida nitrat yoki sulfat kislota ishtirokida KMnO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ yoki NaBiO_3 qo'llanadi. Bunda nitrat kislotali eritmada yashil yoki binafsha rangli eritma to'q sariq rangga kiradi:



Reaksiyani bajarish uchun 2-3 tomchi xrom (III) nitrat yoki sulfat eritmasiga 3-4 tomchi 2 N H_2SO_4 , 6-7 tomchi $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ eritmasi tomizib, qizdirganda dixromat hosil bo'ladi. Reaksiyada katalizator sifatida 1 tomchi kumush eritmasi ishlatilsa, reaksiya tezlashadi. Sulfat kislotali nitrat kislota bilan almashtirish mumkin. Kislotali muhit hosil qilish maqsadida qaytaruvchilik xossalari namoyon qiladigan xlorid kislota, xrom tuzi sifatida esa xrom (III) xloridni ishlatib bo'lmaydi.

6. Xrom (VI) ionining borligi yoki hosil bo'lganligini baholashda tekshiriladigan aralashmaga BaCl_2 eritmasi tomiziladi, bunda BaCrO_4 ning sariq cho'kmasi hosil bo'ladi:



3.4. Temir (III) kationining reaksiyalari

Uch valentli temir tuzlarining eritmalari sariq yoki qizil-qo'ng'ir rangli bo'ladi.

1. O'yuvchi ishqorlar temir (III) tuzlari bilan qizil-qo'ng'ir rangli kuchli kislotalarda eriydigan Fe(OH)_3 cho'kmani hosil qiladi:



Alyuminiy, xrom va rux gidroksidlaridan farqli ravishda amalda Fe(OH)_3 ishqorlarda erimaydi. Temir (III) ion Fe(OH)_3 shaklida $\text{pH} \sim 3,5$ bo'lganda to'liq cho'kadi.

2. Ammiak ham temir (III) tuzlari bilan qizil-qo'ng'ir rangli cho'kma hosil qiladi.

3. Natriy atsetat sovuq sharoitda temir (III) ion bilan qizil rangli kompleks birikma $[\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_6(\text{OH})_2]^+$ hosil qiladi. Qizdirganda bu modda qizil-qo'ng'ir Fe(OH)_3 cho'kma hosil qiladi.

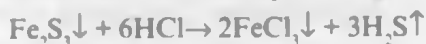
4. Natriy gidrofosfat temir (III) bilan sarg'ish rangli cho'kma – FePO_4 hosil qiladi.

5. Natriy, kaliy va ammoniy karbonatlar temir (III) ion bilan qo'ng'ir rangli $(\text{FeOH})_2(\text{CO}_3)_2$ tarkibli kislotalarda eriydigan cho'kma hosil qiladi. Bu cho'kma qizdirganda gidroliz tufayli Fe(OH)_3 ga aylanadi.

6. Ammoniy sulfid Fe^{3+} ion bilan qora rangli Fe_2S_3 cho'kma hosil qiladi:



Bu cho'kma kuchli kislotalarda eriydi:



Reaksiyada vodorod sulfid (qaytaruvchi) hosil bo'lganligidan temir (III) temir (II) gacha qaytariladi va bunda erkin oltingugurt ajraladi:

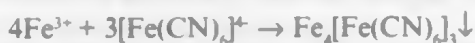


Umumiy holda Fe_2S_3 ning kislotalarda erish reaksiyasi quyidagi tenglama bilan ifodalanadi:

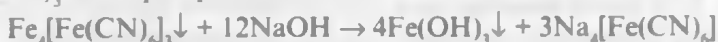


Reaksiyani bajarish. Uch valentli temir tuzining 2-3 tomchi eritmasiga shuncha $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ eritmasi qo'shiladi.

7. Kaliy geksatsianoferrat (II) bilan temir (III) ion to'q ko'k rangli «berlin lazuri» cho'kmasini hosil qiladi:



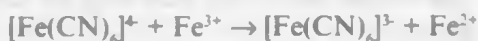
Cho'kma kislotalarda erimaydi, ammo ishqorlar ta'siridan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ hosil qilib parchalanadi:



Kaliy geksatsianoferrat (II) bilan bo'lgan reaksiya Fe^{3+} ioniga xos reaksiya bo'lib, u juda sezgirdir. Reaksiya uchun topilish minimumi – 0,05 mkg, minimal konsentratsiya $1 \cdot 10^{-6}$, suyultirish chegarasi – 1:1000000 ni tashkil qiladi. Reaksiyani $\text{pH}=2$ bo'lganda, eritmada oksalatlar bo'lmaganda va reagentdan tomchilab qo'shgan holda o'tkazish maqsadga muvofiq. Agar reaksiya uchun ko'p miqdor $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ olinsa, «berlin lazuri» erib, kolloid $\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ hosil bo'ladi:



Shuni unutmaslik kerakki, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ qaytaruvchilik xossasiga ham ega:

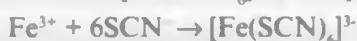


Oxirgi reaksiya natijasida hosil bo'lgan ionlar o'zaro ta'sirlashib, «turnbul ko'ki»ni hosil qilishi mumkin:



Reaksiyaning bajarilishi. Temir (III) tuzining 1-2 tomchisiga shuncha HCl va 2-3 tomchi kaliy ferrosianid eritmasidan qo'shiladi.

8. Kaliy yoki ammoniy rodanid temir (III) ion bilan suvda yaxshi eriydigan qizil-qon rangli $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ yoki reagentdan ko'proq qo'shganda, kompleks ion – $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ hosil qiladi:



Bu reaksiya ham Fe^{3+} ion uchun o'ziga xosdir.

Reaksiyani bajarish uchun temir (III) – tuzi eritmasining 2-3 tomchisiga KSCN yoki NH_4SCN eritmasidan 1-2 tomchi qo'shiladi.

3.5. Temir (II) kationining reaksiyalari

Ikki valentli temir ion Fe^{2+} och yashil ranglidir.

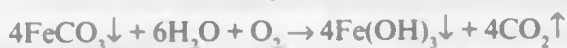
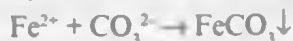
1. O'yuvchi ishqorlar temir (II) ion bilan berk idishda oq rangli $\text{Fe}(\text{OH})_2$ cho'kma hosil qiladi. Reaksiya ochiq idishda o'tkazilsa, hosil bo'layotgan cho'kma havo kislorodi ta'siridan oksidlanib, oldin yashil, keyin qizil-qo'ng'ir rangli $\text{Fe}(\text{OH})_3$ cho'kmaga aylanadi.

2. Ammiak ta'siridan temir (II) ion ham oq rangli $\text{Fe}(\text{OH})_2$ cho'kma hosil qiladi.



Biroq Fe^{2+} ion to'lig'icha cho'kmaydi. $\text{Fe}(\text{OH})_2$ cho'kmasining ammoniy tuzlarida erishi natijasida Fe^{2+} ion ammoniy tuzlari ishtirokida $\text{Fe}(\text{OH})_2$ shaklida cho'kmaydi. Eritma aralashmasi ochiq havoda qolib ketsa, Fe^{2+} ionning oksidlanishi natijasida $\text{Fe}(\text{OH})_3$ cho'kmasi hosil bo'ladi.

3. Natriy, kaliy va ammoniy karbonatlari ta'siridan Fe^{2+} ion oq rangli FeCO_3 cho'kma hosil qiladi, cho'kma havo kislorodi ta'siridan sekin oksidlanib, qizil-qo'ng'ir rangli $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ga aylanadi:



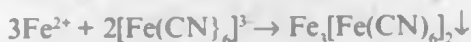
4. Ammoniy sulfid temir (II) ionini bilan qora rangli cho'kma – temir (II) sulfid hosil qiladi:



Cho'kma mineral va sirka kislotalarida eriydi.

Reaksiyaning bajarilishi. Temir (II) tuzining 2-3 tomchi eritmasiga shuncha $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ eritmasi qo'shiladi.

5. Kaliy geksatsianoferrat (III) – $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ temir (II) ionini bilan to'q ko'k rangli turnbul ko'ki cho'kmasini hosil qiladi:



Cho'kma kislotalarda erimaydi, lekin ishqorlarda parchalanadi.

Mazkur reaksiya temir (II) ion uchun o'ziga xos reaksiya bo'lib, uni $\text{pH}=2$ bo'lganda oksidlovchilar bo'lmagan sharoitda o'tkazish kerak. Oksidlovchilar temir (II) ionini oksidlab, temir (III) ioniga aylantirishi mumkin. Unutmaslik kerakki, $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ning o'zi ham oksidlovchi bo'lgani uchun uni tomchilab qo'shish tavsiya qilinadi.

Reaksiyani bajarish uchun temir (II) tuzining 2-3 tomchi eritmasiga 1-2 tomchi xlorid kislota va reaktiv eritmasi asta-sekin 2-3 tomchi qo'shiladi.

6. Dimetilglioksim (*Chugayev reaktivi*) temir (II) ionidan suvda eriydigan qizil rangli ichki kompleks birikma hosil qiladi. Reaksiya

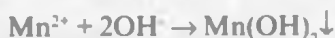
ammiakli muhitda o'tkazilishi kerak. Temir (II) ionini oson oksidlangani uchun unga ko'pincha temir (III) ionini aralashgan bo'ladi. Shu bois dimetilglioksim yordamida temir (II) ionini topish uchun qo'shiladigan ammiak ta'siridan Fe(OH)_3 hosil bo'lishining oldini olish kerak, buning uchun aralashmaga temir (III) ionini kompleks birikma shaklida niqoblaydigan vino kislotasi eritmasi qo'shiladi. Dimetilglioksim nikel ionini bilan ham qizil-pushti rangli cho'kma hosil qilganligi uchun bu reaksiyani eritmada nikel mutlaqo ishtirok etmaganda o'tkazish lozim. Agar eritmada nikel bo'lsa, oldin uni eritmadan yo'qotish kerak.

Reaksiyani hajarish uchun 1-2 tomchi temir (II) tuzi eritmasiga bir tomchi vino kislotasi eritmasi, 2-3 tomchi ammiak eritmasi va dimetilglioksimning spirtidagi eritmasidan 2-3 tomchi qo'shiladi.

3.6. Marganets kationining reaksiyalari

Mn^{2+} ionini eritmasi och pushti rangli, suyultirilgan eritmalarida esa rangsiz bo'ladi. Marganets bir necha oksidlanish darajasiga ega bo'lgan [Mn^{2+} , Mn(IV) , Mn(VI) , Mn(VII)] ionlar shaklida bo'ladi. Shu tufayli ular oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarida qatnashib, bir oksidlanish darajasidan boshqasiga tez o'tishi mumkin. Mn^{2+} ionini topishda bu imkoniyatdan foydalanish va uni e'tiborga olish zarurdir.

1. O'yuvchi ishqorlar Mn^{2+} ionini kislotalarda (shu jumladan, suyultirilgan sulfat kislotada) eriydigan oq rangli Mn(OH)_2 cho'kma hosil qiladi:



Mn^{2+} ionini havo kislorodi ta'sirida oson oksidlangani uchun qo'ng'ir rangli MnO(OH)_2 hosil qiladi.

MnO(OH)_2 cho'kma suyultirilgan sulfat kislotada erimaydi. Biroq sulfat kislotali muhitda 1-3 tomchi H_2O_2 ta'sir ettirilsa, cho'kma quyidagi tenglama bo'yicha eriydi va kislorod ajralib chiqadi:



Sulfat kislotasi ishtirokida MnO(OH)_2 cho'kmani eritish uchun H_2O_2 dan tashqari ishqoriy metallar nitritlari ishlatilishi mumkin. Sulfat kislotadan farqli ravishda xlorid kislotada MnO(OH)_2 xlorid ionining oksidlanishi hisobiga eriydi:

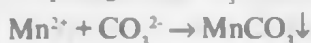


2. Ammiak ishqorlar singari $\text{Mn}(\text{OH})_2$ cho'kma hosil qiladi:



Bu reaksiyada hosil bo'layotgan ammoniy ionning gidrolizlanishi va eritmaning pH qiymati ko'tarilishi natijasida, cho'kish to'liq bo'lmaydi. Eritmada ammoniy ko'p bo'lganda, cho'kma umuman hosil bo'lmasligi mumkin. Bu xossadan aralashmadagi Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} va Ti^{4+} ionlarini Mn^{2+} iondan qisman ajratishda foydalaniladi. Ammiakli muhitda Mn^{2+} ionning bir qismi havo kislorodi ta'sirida oksidlanadi.

3. Natriy, kaliy va ammoniy karbonatlar ta'siridan Mn^{2+} ion kislotalarda eriydigan oq rangli MnCO_3 cho'kma hosil qiladi:

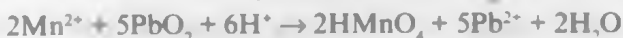


4. Natriy gidrofosfat Mn^{2+} ionga ta'sir ettirilganda kuchli mineral va hatto kuchsiz sirka kislotada ham eriydigan (alyuminiy, temir (III), xrom (III) va titan (IV) fosfatlaridan farqli ravishda) oq rangli $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2$ cho'kma hosil bo'ladi:



5. Oksidlash reaksiyasi yordamida Mn^{2+} ionini topish mumkin. Bunda PbO_2 , ammoniy persulfat $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, natriy vismutat – NaBiO_3 , H_2O_2 , KClO_3 , Cl_2 , Br_2 va boshqa oksidlovchilardan foydalaniladi. Oksidlash reaksiyalari kislotali yoki ishqoriy muhitlarda o'tkazilishi mumkin.

Kislotali muhitda rangsiz Mn^{2+} ionga PbO_2 ta'sir ettirilib, qizdirilsa pushti rangli MnO_4^- hosil bo'ladi:

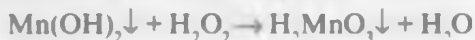


Reaksiyani bajarish uchun probirkaga 1-2 tomchi Mn (II) sulfat yoki nitrat eritmasi, 4-6 tomchi 6 N HNO_3 eritmasi tomizib, unga ozgina PbO_2 kukunidan solinadi va aralashma qaynaguncha qizdiriladi. PbO_2 tarkibida marganetsning kirishmalari bo'lishi mumkinligidan ushbu reaksiya bilan bir vaqtda salt tajriba o'tkazing. Salt tajribani ham xuddi shu sharoitda (unga tekshiriladigan eritma tomizilmaydi) o'tkazing. Marganetsning kirishmalari bo'lmasa, rang paydo bo'lmaydi. Mazkur reaksiya marganetsni topishda ancha sezuvchan bo'lganligi uchun ko'p qo'llaniladi.

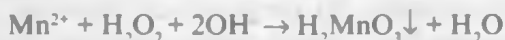
Kislotali muhitda, shuningdek, marganets (II) ionini KClO_3 ta'sirida (qizdirib) qo'ng'ir rangli H_2MnO_4 gacha oksidlash mumkin:



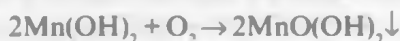
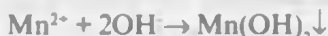
Ishqoriy muhitda Mn^{2+} ionining rangsiz eritmasi H_2O_2 ta'sirida qo'ng'ir rangli H_2MnO_3 cho'kmaga aylanadi:



yoki umumiy holda

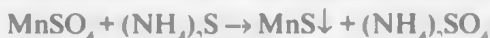


Reaksiyani bajarish uchun probirkaga 1-3 tomchi Mn (II) tuzi eritmasi va bir necha tomchi ishqor eritmada soling, natijada sekin havo kislorodi bilan oksidlanib qo'ng'ir rangga kiradigan oq $Mn(OH)_2$ hosil bo'ladi:



Hosil qilingan cho'kmaga bir necha tomchi H_2O_2 eritmasi tomizilsa, darhol qora-qo'ng'ir rang paydo bo'ladi.

6. Ammoniy sulfid Mn (II) ioni bilan ta'sirlashganda kislotalarda eriydigan sarg'ish-jigarrang MnS cho'kma hosil bo'ladi:

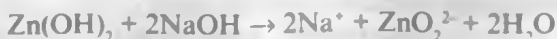
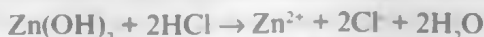
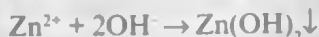
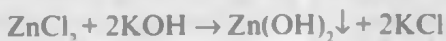


Reaksiyani bajarish. Marganets tuzining 2-3 tomchiga shuncha miqdorda reaktiv qo'shiladi.

3.7. Rux kationining reaksiyalari

Rux tuzlari rangsiz bo'lib, ularga amfoterlik, cho'kmalar va komplekslar hosil qilish reaksiyalari xosdir.

1. O'yuvchi ishqorlar va rux tuzlari ta'sirlashuvidan kislotalar va ishqorlarda eriydigan (amfoterlik tufayli) iviqsimon $Zn(OH)_2$ cho'kma hosil bo'ladi:



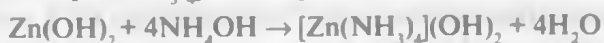
Sinkat ion alyuminat iondan farqli ravishda ammoniy xlorid yoki nitrat ta'siridan $Zn(OH)_2$ cho'kmasi hosil qilmasdan,

eritmada $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ yoki $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ kompleks ion shaklida qoladi:



Reaksiyani bajarish uchun rux tuzi eritmasining 2-3 tomchisiga ishqor eritmasidan tomchilab qo'shiladi, bunda oldin cho'kma tushadi, keyin esa u erib ketadi.

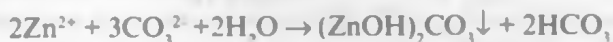
2. Ammiak eritmasi rux ioni bilan $\text{Zn}(\text{OH})_2$ cho'kmasini yuzaga keltiradi, cho'kma mo'l reaktiv va ammoniy tuzlari ta'sirida erib, kompleks ion $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ hosil qiladi.



Ammoniy tuzlari ishtirokida NH_4OH rux ionini mutlaqo cho'ktirmaydi.

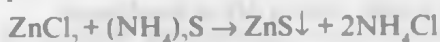
Reaksiyani bajarishda rux tuzining 2-3 tomchi eritmasiga tomchilatib NH_4OH eritmasi qo'shiladi, bunda avval cho'kma hosil bo'ladi, so'ngra keyinchalik u erib ketadi.

3. Natriy, kaliy yoki ammoniy karbonat bilan rux ioni ta'sirlashganda kislotalarda eriydigan oq $(\text{ZnOH})_2\text{CO}_3$ cho'kma paydo bo'ladi:



4. Natriy gidrokarbonat rux ioni bilan uchinchi gruppning boshqa kationlari singari oq rangli $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$ cho'kmasi hosil qiladi. Cho'kma kislotalar, ishqorlar va ammiakda eriydi. Ammoniy tuzlari ishtirokida ZnNH_4PO_4 cho'kadi.

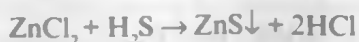
5. Ammoniy sulfid rux ioni bilan ta'sirlashganda oq rangli ZnS cho'kma hosil qiladi:



Cho'kma kuchli kislotalarda eriydi, lekin CH_3COOH va ishqorlarda erimaydi.

Reaksiyani bajarish. Rux tuzining 2-3 tomchi eritmasiga shuncha miqdorda reaktiv qo'shiladi.

6. Vodorod sulfid – H_2S rux ioni bilan ta'sirlashganda oq rangli cho'kma tushadi:



Cho'kma reaksiya natijasida hosil bo'lgan kuchli mineral kislotada qisman erigani uchun cho'ktirish to'liq bo'lmaydi. Shu bois reaksiya formiatli muhitda o'tkaziladi.

Bu reaksiya faqat rux ionini topishda emas, balki uni nikel va kobalt ionlaridan ajratishda (pH~2) ham qo'llaniladi. KtS turidagi sulfidlarning eruvchanligi quyidagi:

$$s_{KtS} = [Kt^{2+}] = \frac{K_{s,KtS}^o}{[S^{2-}]}$$

tenglama bilan ifodalanadi. Tenglamadagi $[S^{2-}]$ vodorod sulfidning ikki bosqichli dissotsiatsiyasi natijasida hosil bo'ladi:



Tenglamaga massalar ta'siri qonunini qo'llab, undan $[S^{2-}]$ qiymat topiladi va to'yingan vodorod sulfidning eritmasi ~0,1 M bo'lishini hisobga olib, barcha qiymatlarni yuqoridagi eruvchanlik formulasiga qo'ysak:

$$K_{1,2} = \frac{[H^+]^2 [S^{2-}]}{[H_2S]} = 1,16 \cdot 10^{-20}$$

$$[S^{2-}] = \frac{1,16 \cdot 10^{-21}}{[H^+]^2}, \quad s_{KtS} = \frac{K_{s,KtS}^o \cdot [H^+]^2}{1,16 \cdot 10^{-21}}$$

Agar eruvchanlik $\leq 10^{-5}$ mol/l bo'lsa, amalda modda erimaydi deb hisoblanadi. Mazkur qiymatni va $K_{s,ZnS}^o = 1,6 \cdot 10^{-24}$ qiymatini oxirgi formulaga qo'yib, undan pH ni hisoblasak:

$$10^{-5} = \frac{K_{s,KtS}^o \cdot [H^+]^2}{1,16 \cdot 10^{-21}}, \quad [H^+]^2 = \frac{1,16 \cdot 10^{-21} \cdot 10^{-5}}{K_{s,KtS}^o}$$

$$[H^+] = \sqrt{\frac{1,16 \cdot 10^{-21} \cdot 10^{-5}}{1,6 \cdot 10^{-24}}} = 2,69 \cdot 10^{-2} \text{ va } pH=1,57$$

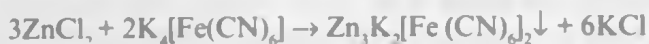
Demak, pH ning shunday qiymatida rux sulfidning eruvchanligi 10^{-5} mol/l bo'lgani holda CoS ning eruvchanligi

$$s_{CoS} = \frac{4 \cdot 10^{-21} \cdot (10^{-2})^2}{1,16 \cdot 10^{-21}} = 5,87 \cdot 10^{-3}$$

Shunga muvofiq NiS cho'kmasining eruvchanligini hisoblasak, u $2,76 \cdot 10^{-3}$ mol/l bo'ladi. Ma'lum bo'ladiki, berilgan pH qiymatida CoS ning eruvchanligi ZnS ning eruvchanligidan 587 va NiS ning eruvchanligi 276 marta katta. Demak, bu sharoitda kobalt va nikel ionlari cho'kmaydi.

Reaksiyani bajarishda probirkaga rux tuzi eritmasidan 4-5 tomchi, formiatli bufer aralashma ($\text{HCOONa} + \text{HCOOH}$) eritmasidan 2-3 tomchi solinadi va eritmadan sekin-asta H_2S o'tkaziladi.

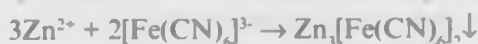
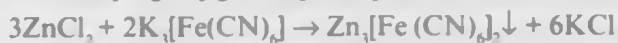
7. Kaliy geksatsianoferrat (II) — $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ rux ioni bilan qo'shaloq – kaliy rux geksatsianoferrat (II) ning oq cho'kmasini hosil qiladi:



Cho'kma kislotalarda erimaydi, ishqorlarda erib sinkatlar hosil qiladi. Alyuminiy va xrom ionlari bu reaksiyaga xalaqit bermaydi. Biroq reaktivdan ko'proq qo'shilsa, eruvchanligi ancha yuqori bo'lgan $\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ cho'kmasi hosil bo'ladi. Shu bois, uni tomchilatib qo'shish maqsadga muvofiqdir.

Reaksiyani bajarishda rux tuzining 3-4 tomchi eritmasiga shuncha reaktiv qo'shilib, aralashma qaynaguncha qizdiriladi.

8. Kaliy geksatsianoferrat (III) - $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ rux ioni bilan xlorid va ammiakda eriydigan jigarrang-sariq tusli cho'kma hosil qiladi:



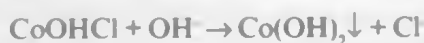
3.8. Kobalt kationining reaksiyalari

Kobalt tuzlarining suyultirilgan eritmaları va kristallgidratlari pushti ranglidir. Bu rang akvakompleks ion - $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ ning hosil bo'lishi bilan tushuntiriladi. Agar eritmalar bug'latilib, kompleks ion parchalansa yoki ularga suvni yo'qotuvchi etanol, konsentrlangan HCl qo'shilsa, ligandning o'zgarishi bilan rang pushtidan ko'kka aylanadi. Kobalt ioni cho'ktirish reaksiyalaridan tashqari komplekslanish, oksidlanish-qaytarilish reaksiyalariga ham uchraydi.

1. O'yuvchi ishqorlar — NaOH va KOH Co^{2+} ion bilan ko'k rangli asosli tuz cho'kmasi hosil qiladi:



Agar cho'kmaga ishqor qo'shib qizdirilsa, asosli tuz pushti rangli $\text{Co}(\text{OH})_2$ ga aylanadi:



$\text{Co}(\text{OH})_2$ cho'kmasi havoda asta-sekin oksidlanib, qo'ng'ir rangli $\text{Co}(\text{OH})_3$ ga aylanadi:



$\text{Co}(\text{OH})_2$ cho'kmasining oksidlanishini H_2O_2 tezlashtiradi, natijada darhol qo'ng'ir rangli $\text{Co}(\text{OH})_3$ hosil bo'ladi:



$\text{Co}(\text{OH})_3$ cho'kmasi H_2SO_4 da erimaydi, lekin uning H_2O_2 yoki Na_2O_2 bilan hosil qilingan aralashmasida $\text{Co}(\text{III})$ ning $\text{Co}(\text{II})$ gacha qaytarilishi natijasida eriydi.

2. Ammiak eritmasi bilan kobalt ioni avval ko'k rangli asosli tuz hosil qilib cho'kadi, ammiak yoki ammoniy tuzlaridan mo'l miqdorda qo'shilsa, cho'kma sarg'ish rangli kompleks ionga aylanib erib ketadi:



Ammoniy tuzlari ishtirokida ammiak Co^{2+} ionini cho'ktirmaydi. Agar eritmaga Fe^{3+} , Al^{3+} yoki Cr^{3+} kationlari aralashgan bo'lsa, ularni ajratish vaqtida Co^{2+} qisman birgalashib cho'kadi.

3. Natriy karbonat yoki boshqa ishqoriy metallarning eruvchan karbonatlari suyultirilgan kislotalar, NH_4OH va $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ da eriydigan pushti rangli asosli tuz – $(\text{CoOH})_2\text{CO}_3$ cho'kmasi hosil qiladi, bu cho'kma havo kislorodi ta'siridan asta-sekin oksidlanib, qora-qo'ng'ir rangli $\text{Co}(\text{OH})_3$ ga aylanadi:



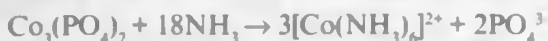
Oksidlanish jarayoni kuchli oksidlovchilar ta'siridan tezlashadi. Kobalt oksikarbonat qizdirilganda ham oksidlanib $\text{Co}(\text{OH})_3$ ga aylanadi.

4. Natriy gidrofosfat — Na_2HPO_4 kislotalarda (CH_3COOH da ham) eriydigan binafsha rangli cho'kma – $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ ni hosil qiladi:





Cho'kma ishqorlar ta'sirida pushti rangli $\text{Co}(\text{OH})_2$ ga aylanadi, ammiak ta'sirida esa sarg'ish rangli kompleks ion hosil qilib eriydi:



5. Ammoniy rodanid — NH_4SCN Co^{2+} ion bilan ko'k rangli $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$ tarkibli kompleks birikmani hosil qiladi:



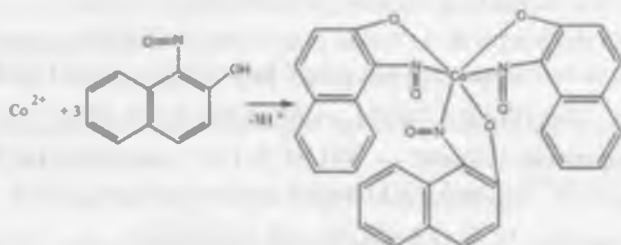
Bu birikma rangining intensivligi past bo'lganligidan eritmaga biroz amil (yoki izoamil) spirti qo'shib chayqatilsa, ekstraktsiya natijasida kompleks birikma shu erituvchi qatlamiga o'tib, uni ko'k rangga kiritadi.

Reaksiyani bajarishda probirkaga 2-3 tomchi kobalt tuzi eritmasi solib, unga shpatelning uchida NH_4SCN kristallaridan bir nechtasini yoki uning konsentrlangan eritmasini qo'shib, aralashma yaxshilab chayqatiladi. Bunda kobaltning ko'k rangli $[\text{Co}(\text{SCN})]^{+}$, $[\text{Co}(\text{SCN})_2]$, $[\text{Co}(\text{SCN})_3]$ va $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$ kompleks ionlari hosil bo'ladi. Ko'k rang sezilarli bo'lmasa, probirkaga eritma hajmidan 3-4 marta kam amil (izoamil) spirti qo'shib chayqatiladi va spirt qatlamining ko'k rangi kuzatiladi.

Mazkur reaksiyani gazetaning yozuvsiz joyidan bajarish (tarkibida lignin borligi uchun) yanada yaxshi natija beradi. Buning uchun qog'oz qirqimiga oldin ammoniy rodanid va ammoniy ftorid shimdirilib, quritiladi. Qog'ozga kobalt tuzi eritmasining bir tomchisi tomizilsa, tomchi tushgan joy ko'karadi. Agar kobaltga temir (III) ioni aralashgan bo'lsa, hosil bo'lgan $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ ning qo'ng'ir-qizil rangi qog'ozga shimdirilgan ftorid ta'siridan $[\text{FeF}_6]^{3-}$ yuzaga kelib, ko'k rangga kiradi.

Kobalt (II) ionning ammoniy rodanid bilan hosil qiladigan birikmasini quruq reaksiya shaklida o'tkazish mumkin. Buning uchun kobalt tuzi kristallaridan bir nechta ammoniy rodanid kristallari bilan hovonchada ishqalansa, ko'k rang paydo bo'lganini ko'ramiz. Agar bunda aralashma qo'ng'ir tusga kirsas, kobalt tuziga Fe^{3+} aralashgan bo'ladi. Bu holda kukunga bir necha dona $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ kristallari solib ishqalansa, qo'ng'ir rang temir (III) ning qaytarilib, temir (II) ga aylangani uchun yo'qoladi.

6. 1-Nitrozo-2-naftol (Ilinskiy reaktivi) — $\text{C}_{10}\text{H}_7(\text{NO})(\text{OH})$ kobalt (II) ni kobalt (III) gacha oksidlab, qizil-qo'ng'ir rangli kompleks birikma $[\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO})\text{O}]_3\text{Co}$ cho'kmasi hosil qiladi:



Reaksiyani bajarishda 2-3 tomchi kobalt (II) tuzining neytral yoki kuchsiz kislotali eritmasiga (kuchli kislotali eritmalarga CH_3COONa qo'shib tavsiya etiladi) bir necha tomchi suv qo'shib suyultiriladi va 2-3 tomchi reaktiv qo'shib qizdiriladi. Eritmada Fe^{3+} ionning bo'lishi reaksiyaga xalaqit beradi, chunki u reaktiv bilan to'q qo'ng'ir cho'kma hosil qiladi.

7. Kaliy yoki natriy nitrit (KNO_2 yoki NaNO_2) biroz suyultirilgan va CH_3COOH qo'shib kislotali muhitga keltirilgan kobalt (II) tuzi eritmasi bilan sariq rangli $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ kompleks birikma cho'kmasi hosil qiladi:



Bu reaksiya Co^{2+} ionini Ni^{2+} iondan farqlashga imkon beradi va ularni bir-biridan ajratishda qo'llanishi mumkin. Bunday cho'kma suyultirilgan eritmalar qizdirilganda va uzoq turib qolganda yuzaga keladi.

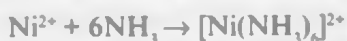
3.9. Nikel kationining reaksiyalari

Nikel tuzlarining suyultirilgan eritmaları va kristallgidratlari yashil rangli bo'ladi. Bu rang akvakompleks ion – $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ ning hosil bo'lishi bilan tushuntiriladi. Nikel ionlari ham cho'ktirish reaksiyalaridan tashqari komplekslanish, oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarida ishtirok etadi.

1. O'yuvchi ishqorlar — NaOH va KOH Ni^{2+} ionlari bilan kislotalar, ammiak va ammoniy tuzlarida eriydigan yashil rangli $\text{Ni}(\text{OH})_2$ cho'kmasi hosil qiladi:



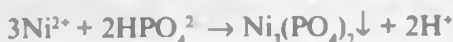
2. Ammiak eritmasi nikel sulfat bilan $(\text{NiOH})_2\text{SO}_4$ asosli tuzning yashil cho'kmasini hosil qiladi. Agar ammiak eritmasini qo'shish davom ettirilsa, cho'kma mo'l ammiakda erib, ko'k tusli kompleks tuz yuzaga keladi:



3. Natriy yoki kaliy karbonat nikel (II) ionlari bilan kislotalar, ammiak va ammoniy sulfid eritmalarida eriydigan yashil rangli NiCO_3 cho'kmasi hosil qiladi:

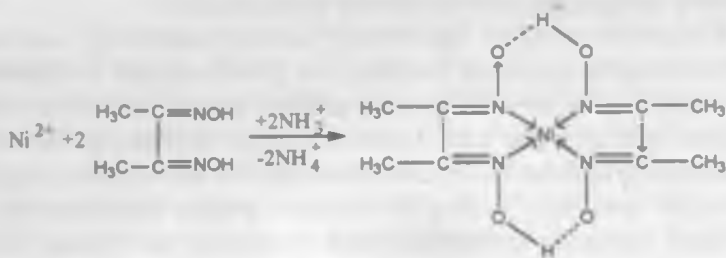


4. Natriy gidrofosfat nikel (II) ionlari bilan kislotalarda, shu jumladan, CH_3COOH eritmasida eriydigan yashil rangli $\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2$ cho'kmasi hosil qiladi. Cho'kma ammiakda eriydi, ammo o'yuvchi ishqorlarda erimaydi:



Reaksiyani bajarishda 1-2 tomchi NiCl_2 eritmasiga 2-3 tomchi Na_2HPO_4 eritmasi tomiziladi. Hosil bo'lgan yashil cho'kma sentrifugada ajratilib, ustiga NaOH eritmasidan 1-2 tomchi tomizilsa, cho'kma erimasligi, bordi-yu ammiak eritmasidan 1-2 tomchi qo'shilsa cho'kmaning erishi kuzatiladi.

5. Dimetilgliksim (Chugaev reaktivi) Ni^{2+} ionlari bilan ammiakli muhitda yorqin pushti-qizil rangli cho'kma - ichki kompleks birikma hosil qiladi:



Bu reaksiya nikel uchun juda seziluvchan bo'lib, topilish minimumi 0,16 mg, minimal konsentratsiya $3 \cdot 10^{-5}$ mol/l, suyultirish chegarasi 300000 ni tashkil etadi. Reaksiya tomchi usulida o'tkazilsa, uning sezuvchanligi yanada oshadi. Reaksiyaga Fe^{2+} (qizil), Cu^{2+} (qizil-qo'ng'ir) ionlari xalaqit beradi. Reaksiyani pH~8 bo'lganda o'tkazish mumkin.

Reaksiyani bajarish uchun nikel tuzi eritmasining bir tomchisiga suyultirilgan ammiak eritmasidan 2-3 tomchi ta'sir ettirib, unga 3-4 tomchi dimetilglioksim eritmasi tomiziladi. Reaksiyani Na_2HPO_4 shimdirilgan filtr qog'ozda bajarib ko'rilsa, xalaqit beradigan ionlar bo'lgan taqdirda ham u Ni^{2+} ionini topishga imkon beradi. Reaksiyani o'tkazishda qog'ozga bir tomchi Na_2HPO_4 eritmasi tomiziladi (reaksiya shu tomchi ustida boradi), so'ng hosil bo'lgan nam dog'ning o'rtasiga kapillar uchida tekshirilayotgan eritmadan tegiziladi va yana Na_2HPO_4 eritmasidan bir tomchi tomiziladi. So'ngra dog'ning atrofiga kapillar yordamida dimetilglioksim eritmasi shimdiriladi. Keyin qog'oz ammiakning bug'iga tutiladi. Ni^{2+} ion bo'lsa, pushti rangli halqa hosil bo'ladi. Agar Ni^{2+} ning miqdori ko'p bo'lsa, dog'ning hammasi pushti rangga bo'yaladi. Na_2HPO_4 reaksiyaga xalaqit beruvchi kationlar bilan ta'sirlashib, dog'ning markazida qoladigan qiyin eruvchan fosfatlar, masalan, FePO_4 hosil bo'ladi. Ko'proq eriydigan nikel (II) fosfat esa dog'ning atrofiga siljiydi.

3.10. Uchinchi grupp kationlari aralashmasining analizi

Biz yuqorida grupp reagentining ta'sirini ko'rib chiqqanda grupp reagenti ta'siridan uchinchi grupp kationlarining sulfidlar va gidroksidlar holda cho'kishini aytib o'tgan edik. Uchinchi grupp kationlari aralashmasini analiz qilganda ularning turli xossalari muvofiq uch gruppaga bo'linishidan foydalaniladi.

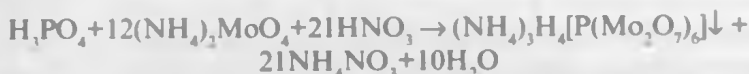
Uchinchi grupp kationlari aralashmasining analizi tekshiriladigan eritmada fosfatlar va gidrofosfatlar bo'lganda murakkablashadi, chunki bu ionlar uchinchi grupp kationlari bilan fosfatlar hosil qilib cho'kadi. Uchinchi grupp kationlariga birinchi va ikkinchi gruppalar kationlari aralashgan bo'lsa, ikkinchi grupp kationlari oksalatlar hosil qilib, uchinchi grupp kationlari bilan cho'kadi. Yuqorida ko'rsatib o'tilgan va boshqa cho'kmalar hosil qiladigan ionlar aralashmada ishtirok etgani holda, cho'ktirish neytral yoki ishqoriy muhitda olib borilsa, ikkinchi grupp kationlarining oksalatli, magniy ioni, ikkinchi va uchinchi grupp kationlarining fosfatli cho'kmalari tushadi. Agar barcha kationlar aralashmasi analiz qilinayotgan bo'lsa, yaxshilab yuvib ajratilgan cho'kma eritiladi va analiz taxminiy sinashlardan boshlanadi.

Cho'kma sulfidlar, gidroksidlar, oksalatlar, fosfatlar va boshqalardan iborat bo'lishi mumkin.

1. Cho'kmani eritish uchun unga KNO_3 ishtirokida 6 N HNO_3 eritmasi qo'shiladi va eritma biroz qizdiriladi. Natijada ikkinchi grupp kationlari sulfatlaridan boshqa barcha cho'kmalar eritmaga o'tadi. Nitrat kislotada eritgandan so'ng ham cho'kma qolsa, aralashmada sulfatlar bo'lgan bo'lishi mumkin.

2. Taxmini sinashlar. Agar faqat uchinchi grupp kationlari tekshirilayotgan bo'lsa, aralashmada temir (III), temir (II) va fosfat ionlar borligi tekshirib ko'riladi.

Fosfatlarni topish. Fosfatlar borligini tekshirishda mayda chinni kosacha yoki tigelga 2-3 tomchi tekshiriladigan eritmadan tomizib, unga 2-3 tomchi konsentrlangan nitrat kislotasi eritmasi qo'shiladi va aralashma quriguncha bug'latiladi. Bunda aralashmadagi fosfatlarni $(NH_4)_2MoO_4$ bilan topishga xalaqit beradigan HCl eritmadan yo'qotiladi. Quruq qoldiqqa 2-3 tomchi HNO_3 va 2-3 tomchi NH_4NO_3 , hamda 3-5 tomchi $(NH_4)_2MoO_4$ qo'shiladi. Aralashmada yetarli konsentratsiyali fosfat ionlari bo'lsa, sovuq sharoitda ham sariq rangli $(NH_4)_3H_4[P(Mo_2O_7)_6]$ cho'kma hosil bo'ladi:



Agar aralashmadan fosfat ionlari topilsa, uni eritmadan yo'qotish zarur.

Fosfat ionini yo'qotish usullari. 1. *Ammoniy molibdat ta'siridan yo'qotish* sifat analizida cheklangan holda qo'llaniladi. Sababi shundaki, keyinchalik molibdat ionning o'zini yo'qotish kerak bo'ladi. 2. *Temir (III) xlorid ta'siridan yo'qotish* ancha murakkab bo'lib, uning murakkabligi temir (III) fosfatning $FeCl_3$ ishtirokida eruvchanligi bilan bog'liq. Agar cho'ktirish natriy atsetat ishtirokida qaynatib amalga oshirilsa, qiyinchilikning oldi olingan bo'ladi. Atsetat ion ishtirokida mo'l miqdordagi temir (III) ionini hosil qilgan kompleks birikma qaynatilganda quyidagicha parchalanadi:



Bunda fosfatni ajratish juda oson tuyulsa-da, aralashmada oksikislotalar va spirtlar ishtirok etsa, kompleks birikma

qaynatilganda ham parchalanmaydi. Shuning uchun tekshiriladigan aralashma tarkibidagi oksikislotalarni konsentrlangan nitrat kislota ta'siridan parchalash kerak bo'ladi. Buning uchun aralashma avval chinni kosachada konsentrlangan nitrat kislota bilan qaynatiladi, eritma bug'latilib, so'ngra quruq qoldiq xlorid yoki nitrat kislota eritiladi. Bu usulda FeCl_3 ni qo'shishdan oldin Co^{2+} va Ni^{2+} ionlarini ajratish talab etiladi. Co^{2+} va Ni^{2+} ionlarini ammoniy sulfid bilan ajratish vaqtida sulfidlar oksidlanib, sulfatlarga aylanishi va ikkinchi grupp kationlarini sulfatlar shaklida cho'ktirishi mumkin. Bu analizni qiyinlashtiradi. 3. *Xromatografik ajratish* barcha kationlar aralashmasi eritmasini H-shakldagi kationit bilan to'ldirilgan kolonkadan o'tkazishga asoslangan. Buning uchun aralashmadagi fosfatlar cho'kmasi to'liq erib ketguncha 2 N xlorid kislota eritmasi tomizib turiladi (kislota ortiqcha bo'lmasligi kerak). Hosil qilingan eritma 3 karra ko'p hajmli distillangan suv bilan suyultirilgandan so'ng kolonkadan o'tkaziladi. Bunda barcha kationlar kationitda ushlab qolinadi. Kationitda adsorbanib qolgan fosfat ion kationitni distillangan suv bilan yuvib, to'liq chiqarib tashlanadi. Kolonkadagi kationitdan fosfatning to'liq chiqib ketganligini ammoniy molibdat yordamida tekshirib ko'rish mumkin. Fosfatsizlantirilgan kationlar aralashmasini kationitdan siqib chiqarish uchun kolonkadan 50 ml 2 N HCl eritmasi sekin o'tkaziladi. Kationitdan chiqarib olingan elyuyent chinni kosachada kam hajmgacha bug'latilib, konsentrlanadi, so'ngra undagi kationlar tekshiriladi.

Fe^{2+} ionni topish uchun olingan elyuyentning 2-3 tomchisiga $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ eritmasidan ham shuncha tomiziladi. Fe^{2+} ion bo'lsa, turnbul ko'ki cho'kmasi hosil bo'ladi.

Fe^{3+} ionni topish uchun elyuyentning 2-3 tomchisiga $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ eritmasidan ham shuncha tomiziladi. Eritmada Fe^{3+} ion bo'lsa, ko'k rangli berlin lazuri cho'kmasi hosil bo'ladi.

3. Kationlar aralashmasini sistematiik analiz qilishda eng avvalo, uchinchi grupp kationlari ammoniy sulfid ta'siridan gidroksidlar va sulfidlar shaklida cho'ktiriladi.

1. Uchinchi grupp kationlarini cho'ktirishda olingan konsentrlangan eritmaga ammiakli bufer aralashma ishtirokida ammoniy sulfid qo'shiladi. Hosil bo'lgan sulfidlar va gidroksidlar cho'kmasi (1-cho'kma) sentrifugalab ajratib olinadi. Agar I va II gruppalar kationlarini tekshirish ko'zda tutilmagan bo'lsa, sentrifugat

(eritma) tashlab yuboriladi. Agar ularni tekshirish talab etilsa, sentrifugat (1-eritma) yuqorida keltirilgan tarzda analiz qilinadi.

2. Sulfidlar va gidroksidlarni eritishda ajratib olingan 1-cho'kma 2-3 marta distillangan suv bilan 100 karra suyultirilgan ammoniy sulfid eritmasi yordamida yuviladi.

3. CoS va NiS ajratish. Yuvilgan cho'kma 30 daqiqa davomida saqlangandan so'ng 1 N HCl eritmasining 20-25 tomchisida eritiladi. Bunda CoS va NiS α shaklidan β shakliga o'tganligi uchun erimasdan cho'kmada qoladi. Qolgan ionlar erib eritmaga o'tadi. Cho'kmani eritmadan sentrifugalab ajratgandan so'ng cho'kmadan (2-cho'kma) Co^{2+} va Ni^{2+} ionlari, eritmadan (2-eritma) qolgan ionlar tekshiriladi.

4. CoS va NiS ni eritish, Co^{2+} va Ni^{2+} ionlarini topish. 2-cho'kmani ko'p martalab takroriy dekantatsiyalab yuvgandan so'ng $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{H}_2\text{O}_2$ ($\text{HCl} + \text{H}_2\text{O}_2$) aralashmasida eriting. Aralashmani zar suvida ham eritish mumkin, bunda tekshirishdan oldin hosil bo'lgan erkin oltingugurt ajratib olinadi. Ortib qolgan vodorod peroksidni parchalash uchun eritma qaynatiladi. Olingan eritmadan Co^{2+} ammoniy rodanid yoki 1-nitrozo-2-naftol, Ni^{2+} esa dimetilglioksim yordamida topiladi.

5. Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} va Mn^{2+} ionlarini ajratish. 2-eritma chinni kosachaga o'tkazilib, undagi vodorod sulfid qaynatib, yo'qotilgandan keyin unga mo'l natriy gidroksid eritmasi qo'shib yana qaynatiladi. Bunda Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} va Mn^{2+} ionlar gidroksidlar shaklida cho'kadi. Cho'kma (3-cho'kma) eritmadan ajratilgandan so'ng, undan Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} va Mn^{2+} , sentrifugatdan (3-eritma) esa Al^{3+} va Zn^{2+} topiladi.

6. Cr^{3+} ionini ajratish va topish. 3-cho'kmaga H_2O_2 qo'shib, qaynatganda eritma ishqoriy bo'lganligi uchun Cr^{3+} oksidlanib, sariq rangli CrO_4^{2-} ionga aylanadi. Cr^{3+} eritmadan shunday ajratiladi va topiladi. 3-cho'kma qaynatilganda undagi Fe^{2+} va Mn^{2+} ionlar oksidlanadi. Natijada, cho'kmada (4-cho'kma) $\text{Fe}(\text{OH})_3$ va $\text{MnO}(\text{OH})_2$ bo'ladi. Cho'kmani yuvib, keyingi tekshirishlar uchun saqlang.

7. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ va $\text{MnO}(\text{OH})_2$ ni eritish va Mn^{2+} ionini topish. Agar 4-cho'kma to'q qo'ng'ir rangli bo'lsa, bu unda Mn^{2+} borligi ehtimolidan xoli emas. Bunga ishonch hosil qilish uchun yuvilgan 4-cho'kma nitrat kislota eritmasida eritiladi va eritmaga PbO_2 kristallaridan bir nechasi tashlanib, reaksiya o'tkazilsa, Mn^{2+} bo'lganda eritma binafsha rangga kiradi. Fe^{2+} va Fe^{3+} ionlari oldin taxminiy sinashlar vaqtida topilgan edi.

8. $Al(OH)_3$ ni cho'ktirish va Al^{3+} va Zn^{2+} ionlarini topish
Tarkibida alyuminat va sinkat bo'lgan 3-eritmaga NH_4Cl kristallaridan ozgina solinib qaynatilsa, $Al(OH)_3$ cho'kmaga (5-cho'kma) tushadi, Zn^{2+} ionlari esa $[Zn(NH_3)_6]^{2+}$ hosil qilib eritmada (4-eritma) qoladi. Cho'kma sentrifugalab, eritmadan ajratiladi va yuviladi. Yuvilgan 5-cho'kmada Al^{3+} ionlari borligi tekshirib ko'riladi. Zn^{2+} ionini topish uchun 4-eritma sirka kislotaga ta'siridan kislotali muhitga keltirilib, undan vodorod sulfid o'tkazilsa, $[Zn(NH_3)_6]^{2+}$ kompleks ionlari parchalanib ZnS ga aylanadi.

Uchinchi analitik guruh kationlari aralashmasini analiz qilish sxemasi 3.1-jadvalda keltirilgan.

3.1-jadval

Uchinchi analitik guruh kationlari aralashmasini analiz qilish sxemasi

Amal	Reagent	Ionlar	
Fe^{2+} ni topish	$K_3[Fe(CN)_6]$	$Fe_3[Fe(CN)_6]_4$, ko'k cho'kma	
Fe^{3+} ni topish	$K_3[Fe(CN)_6]$	$Fe_4[Fe(CN)_6]_3$, ko'k cho'kma	
Gidroksidlarni va sulfidlarni cho'ktirish	$(NH_4)_2S + NH_4Cl + NH_3$	1-cho'kma $Al(OH)_3$, $Cr(OH)_3$, ZnS , FeS , Fe_2S_3 , MnS , CoS , NIS	
CoS , NIS ni ajratish	HCl , 1 N	CoS , $NiS \downarrow$	Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+}
CoS , NIS ni eritish	$CH_3COOH + H_2O_2$	Co^{2+} , Ni^{2+}	
Cr^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} ni ajratish	$NaOH$, mo'l, $t = 100^\circ C$	$Cr(OH)_3$, $Fe(OH)_2$, $Fe(OH)_3$, $Mn(OH)_2$	AlO_2^- , ZnO_2^{2-}
Cr^{3+} ni ajratish va topish	H_2O_2	CrO_4^{2-} Sariq eritma	$Fe(OH)_3$, $Mn(OH)_2$
$Fe(OH)_3$, $Mn(OH)_2$ ni eritish	$HNO_3 + H_2O_2$	Fe^{3+} , Mn^{2+}	
Mn^{2+} ni topish	$PbO_2 + HNO_3$	$HMnO_4$, binafsha eritma	
$Al(OH)_3$ ni ajratish	NH_4Cl	$Al(OH)_3$, oq cho'kma	$[Zn(NH_3)_6]^{2+}$
Zn^{2+} ni topish	H_2S		ZnS , oq cho'kma
$Al(OH)_3$ ni eritish va Al^{3+} ni topish	CH_3COOH , Na_2HPO_4	Al^{3+} , $AlPO_4$, oq cho'kma	

IV BOB

4. TO'RTINCHI GRUPPA KATIONLARINING REAKSIYALARI

To'rtinchi analitik grupp kationlari qatoriga mis (II), kadmiy, vismut (III), simob (II), qalay (II), qalay (IV), surma (III), surma (V), mishyak (III), mishyak (V), palladiy (II), talliy (III), oltin (III), germaniy (IV), reniy (IV), iridiy (IV), platina (IV) va boshqa kationlar kiradi. Ular $\text{pH}=0,5$ bo'lganda grupp reagenti - vodorod sulfid ta'siridan sulfidlar va polisulfidlar shaklida cho'kadi. To'rtinchi grupp kationlari III grupp kationlaridan sulfidlarining $\text{pH}=0,5$ bo'lgan sharoitda suvda erimasligi bilan farqlanadi. Bu grupp kationlarining sulfidlari suyultirilgan kislotalar, jumladan, $0,3 \text{ N HCl}$ eritmalarida erimaydi. Grupp kationlarini sulfidlar va polisulfidlar hosil qilishiga qarab ikki gruppaga bo'lish mumkin: birinchi gruppachaga Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg_2^{2+} , Bi^{3+} , Pd^{2+} , Tl^{3+} va boshqalar, ikkinchi gruppachaga Sn^{2+} , Sn^{4+} , Sb^{V} , Sb^{III} , As^{V} , As^{III} , Au^{3+} , Ge^{IV} , Re^{IV} , Ir^{IV} , Pt^{IV} va boshqalar)ni kiritish mumkin. Birinchi gruppacha sulfidlarini tashkil etgan kationlarda asoslik xossalari kuchliroq bo'lganligidan ular ishqorlar, ammoniy sulfid va ammoniy polisulfidda erimaydi. Ikkinchi gruppacha kationlarining polisulfidlari tegishli kationlarning kislotalik xossalari tufayli ishqorlar, ammoniy yoki natriy sulfid, ammoniy yoki natriy polisulfidda eriydi. Ba'zan birinchi gruppacha kationlariga ko'p jihatdan yaqinligi va xlorid kislota muhitida sulfidlar shaklida cho'kadigan Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , Cu^+ , Au^+ , Tl^+ singari ionlar to'rtinchi gruppaga kiritiladi. Kationlarning sistematik analizida bu gruppacha kationlarini xloridlar shaklida cho'ktirish mumkinligi hamda sistematik analiz sxemasining soddalashganligi uchun ularni beshinchi gruppaga kiritish maqsadga muvofiq. Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , Cu^+ , Au^+ , Tl^+ ionlarini AgCl , Hg_2Cl_2 , PbCl_2 , CuCl , AuCl , TlCl shaklida cho'ktirgandan so'ng birinchi va ikkinchi gruppachalar kationlarini vodorod sulfid ta'siridan sulfid va polisulfidlar shaklida cho'ktirish osondir. Shu bois Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , Cu^+ , Au^+ , Tl^+ ionlarini beshinchi grupp kationlari deb hisoblashni ma'qul ko'ramiz.

Polisulfidlarning sulfidlar va ishqorlarda erishini quyidagi tenglamalar bilan izohlash mumkin:





To'rtinchi grupp kationlarining elektron qavatlar sulfid ioni ta'siridan deformatsiyalanishi tufayli ularning sulfidlari rangli bo'ladi. Ularning xromat, dixromat, manganat, permanganatlari va geksanitritokobaltatlari ham ranglidir.

Elektron qavatlarining deformatsiyalanishi natijasida kimyoviy bog'lanish kovalentga yaqinlashadi. Tashqi elektron pog'onalari 18, 18+2 bo'lgan kationlar sulfidlarining eruvchanlik ko'paytmasi qiymatlari kichik bo'ladi. Biz yuqorida ko'rib o'tgan oxirgi elektron pog'onasi 2 va 8 bilan tugagan kationlar kuchsiz qutblantiruvchilar hisoblanadi. Ularning o'zi deyarli qutblanmaydi va sulfid ioni bilan ta'sirlashishi natijasida elektron qavatlarining sezilarli deformatsiyasi kuzatilmaydi. Shuning uchun bunday kationlarning sulfidlari suvda yaxshi eriydi. Bu kationlarga I va II gruppalar kationlari, alyuminiy, xrom, titan singari ionlar kiradi. Tashqi elektron pog'onasi to'lmagan 18 elektronli bo'lgan kationlar oraliq holatni egallaydi. Ular nisbatan oson qutblanadi, shuning uchun sulfidlari kam eruvchandir. Ichki elektron pog'onalar 18 va 32 elektronli bo'lgan elementlar kuchli qutblantiruvchi kationlar hisoblanib, ularning sulfidlari suvda kam eriydi.

Kadmiy qaytaruvchilar ta'siriga chidamli bo'lgani holda, simob, platina, mis, oltin, vismut va mishyak ionlari oksidlovchilik xossalarini namoyon qiladi. Shuning uchun ular analiz davomida qaytaruvchilar ta'siridan o'zlarining pastki oksidlanish darajalarigacha yoki erkin holatgacha qaytariladi. Ikkinchi gruppachaga kirib, polisulfidlar hosil qiladigan kationlar metalmaslik xossalarini namoyon qiladi. Shuning uchun ular anion ko'rinishiga ega. Bu gruppacha polisulfidlari kimyoviy xossalari jihatidan angidridlarga o'xshab ketadi. Shunga mos ravishda ularni tioangidridlar deb ham ataydilar. Sulfidlar va polisulfidlar xossalarida farqlar asosida birinchi gruppacha kationlarini ikkinchi gruppacha kationlaridan ajratish mumkin.

4.1. Grupp reagentining ta'siri

To'rtinchi grupp kationlarini I-III grupp kationlaridan ajratish uchun ionlar aralashmasining pH qiymati 0,5 ga yetkaziladi.

Sistematik analizda V grupp kationlari xlorid kislota ta'siridan cho'ktirilgandan so'ng eritma kislotali muhitga ega bo'lib qoladi. Biroq bunda eritmaning pH qiymati 0,5 dan farqli bo'lishi mumkin. Shuning uchun avvalo eritmaning pH qiymati tekshirib ko'riladi. Eritmaning pH qiymati 0,5 ga tenglashgandan so'ng undan vodorod sulfid o'tkazilsa, sulfidlar va polisulfidlar hosil bo'ladi. Vodorod sulfid zaharli gaz bo'lganligidan u bilan bog'liq barcha ishlar mo'rili shkafda, ventilyatsiya ishlab turgan holatda bajarilishi shart. Vodorod sulfid maxsus asbob yordamida olinadi. Asbobga FeS yoki boshqa metall sulfidi solinib, unga suyultirilgan xlorid kislota eritmasi qo'shilsa vodorod sulfid ajraladi:



Vodorod sulfid suvda yomon eriydi, shuning uchun u tekshiriladigan eritmadan iloji boricha sekin o'tkazilishi kerak. Aks holda H_2S kationlar bilan ta'sirlashmay chiqib ketadi va xonada to'planib qolib, ishlayotgan kishilarni zaharlaydi. Vodorod sulfid o'tkazish to'xtatilgandan keyin asbobning jo'mragi mahkam berkitilishi kerak. Vodorod sulfidining zaharililigini hisobga olib, hozirgi vaqtda kationlarni vodorod sulfidsiz usullar yordamida analiz qilish yo'llari tavsiya qilinmoqda (quyida qarab chiqiladi).

Sulfidlar cho'kmalari $K_{\text{ox}}^s([\text{K}^{2+}][\text{S}^{2-}])$ faqat bo'lganda hosil bo'ladi. Vodorod sulfid ta'siridan sulfidlarni cho'ktirishning to'laligiga hosil bo'ladigan cho'kmaning eruvchanlik ko'paytmasi va eritmaning pH qiymati katta ta'sir ko'rsatadi. Sulfid cho'kmasining eruvchanligi qancha kichik bo'lsa, cho'kma shuncha tez va to'liq hosil bo'ladi. Kam eruvchan sulfidlar juda suyultirilgan eritmalaridan hosil bo'lgani holda, yaxshi eriydigan sulfidlar hatto konsentrlangan eritmalaridan ham tushmaydi. Cho'ktirishning to'laligi asosan eritmaning vodorod sulfid bilan to'yintirilish darajasiga bog'liq. Biz yuqorida, odatdagi sharoitda vodorod sulfidning suvdagi to'yingan eritmasi 0,1 M bo'lishini ko'rib o'tgan edik.

Vodorod sulfid suvdagi eritmada kuchsiz kislota xossasini namoyon qilib, u quyidagicha dissotsilanadi:



Massalar ta'siri qonuniga ko'ra:

$$K_{1,H_2S} = \frac{[H^+][HS^-]}{[H_2S]} = 1,08 \cdot 10^{-7}, \quad K_{2,H_2S} = \frac{[H^+][S^{2-}]}{[HS^-]} = 1 \cdot 10^{-15}$$

Bundan birinchi bosqich bo'yicha:

$$[H^+] = \sqrt{[H_2S] \cdot 1,08 \cdot 10^{-7}} = \sqrt{0,1 \cdot 1,08 \cdot 10^{-7}} \approx 10^{-4}, \quad pH=4.$$

Birinchi va ikkinchi bosqich bo'yicha konstantalarni ko'paytirsak:

$$K_{1,2,H_2S} = \frac{[H^+]^2[S^{2-}]}{[H_2S]} = 1,08 \cdot 10^{-7} \cdot 10^{-15} = 1,08 \cdot 10^{-22}$$

hosil bo'ladi. Kislotali eritmadagi vodorod sulfidning konsentratsiyasi: $[H_2S] = C_{\text{umumiy}} - C_{\text{dis}}.$

Xlorid kislotali muhitdagi $C_{\text{dis}} \ll C_{\text{umumiy}}$ bo'lganligi uchun normal bosim va 25 °C haroratda $C_{\text{dis}} \approx 0$ va $C_{\text{umumiy}} \approx 0,1$ M deb olinishi mumkin. Agar

$$\frac{[H^+]^2[S^{2-}]}{[H_2S]} = 1,08 \cdot 10^{-22}$$

tenglamaga bu qiymat qo'yilsa,

$$[H^+]^2[S^{2-}] = [H_2S] \cdot 1,08 \cdot 10^{-22} = 0,1 \cdot 1,08 \cdot 10^{-22} = 1,08 \cdot 10^{-23}$$

$$\text{Bundan } [S^{2-}] = \frac{1,08 \cdot 10^{-23}}{[H^+]^2}. \text{ Tenglamadan ko'rinadiki, sulfid}$$

ionning konsentratsiyasi vodorod ionning konsentratsiyasiga teskari mutanosiblikdadir. Agar $[H^+] = 1$ M ($pH=0$) bo'lsa, $[S^{2-}] = 1,08 \cdot 10^{-23}$ va $pH=2$, ya'ni $[H^+] = 10^{-2}$ M bo'lsa, $[S^{2-}] = 1,08 \cdot 10^{-19}$ bo'ladi. Bundan ravshan bo'ladiki, 0,1 M eritmalaridan sulfidlarni cho'ktirish uchun $pH=2$ bo'lishi yetarlidir. Bunda:

$[Kt^{2+}][S^{2-}] = K_{s,KtS} = 10^{-1} \cdot 10^{-19} = 10^{-20}$. Demak, to'rtinchi grupp sulfidlari cho'kish uchun $K_{s,KtS} \leq 10^{-20}$ bo'lishi kerak. Bunday shartni to'rtinchi gruppaning barcha kationlari, rux va kobalt hosil qilgan sulfidlar qanoatlantiradi. Qo'yilgan shartni rux va kobalt sulfidlari qanoatlantirganidan to'rtinchi grupp sulfidlarini cho'ktirish kuchsiz kislotali, ayniqsa, neytral yoki ishqoriy muhitlarda o'tkazilishi mumkin emas. Shuning uchun vodorod

ioni konsentratsiyasini oshira borganda sulfid ionning konsentratsiyasi kamaya boradi va shunday bir qiymatga yetadiki, unda uchinchi grupp kationlarining sulfidlari hosil bo'lmaydi. Sulfidlarning eruvchanlik ko'paytmasi tenglamasi asosida ularning eruvchanligini hisoblash mumkin:

$$S_{KtS} = [Kt^{2+}] = \frac{K_{s,KtS}^0 \cdot [H^+]^2}{1,08 \cdot 10^{-23}}$$

Tenglamadan ma'lum bo'lishicha, sulfidlarning eruvchanligi vodorod ioni konsentratsiyasi kvadratiga mutanosib ortadi. Biz yuqorida to'rtinchi grupp kationlari sulfidlarini cho'ktirish uchun eritmaning pH qiymati 0,5 bo'lishi kerakligini aytgan edik, bu HCl eritmasining 0,3 M qiymatiga to'g'ri keladi. Agar shu qiymat oxirgi tenglamaga qo'yilsa:

$$S_{KtS} = [Kt^{2+}] = \frac{K_{s,KtS}^0 \cdot [H^+]^2}{1,08 \cdot 10^{-23}} = \frac{K_{s,KtS}^0 \cdot (3 \cdot 10^{-4})^2}{1,08 \cdot 10^{-23}} = 8,33 \cdot 10^{-21} \cdot K_{s,KtS}^0$$

Sifatliy analizida $s = [Kt^{2+}] \sim 10^{-4} - 10^{-5}$ M bo'lganda, elektrolit amalda erimaydi, deb hisoblanishini e'tiborga olib, bu qiymatni yuqoridagi tenglamaga qo'ysak:

$$10^{-5} = 8,33 \cdot 10^{-21} \cdot K_{s,KtS}^0 \quad K_{s,KtS}^0 = 1,2 \cdot 10^{-27}$$

hosil bo'ladi. Bundan bo'lganda KtS turidagi sulfidlar 0,3 M HCl eritmasidan vodorod sulfid o'tkazilganda, amalda to'liq cho'kmaga tushadi degan xulosaga kelish mumkin. Bu sharoitda ZnS va CoS kabi sulfidlar xlorid kislotada eriydi, chunki ularning eruvchanlik ko'paytmalari 10^{-27} dan kattadir: $K_{s,ZnS}^0 = 1,6 \cdot 10^{-24}$, $K_{s,CoS}^0 = 4 \cdot 10^{-21}$.

Yuqoridagi tenglamadan $[H^+] = \sqrt{\frac{1,08 \cdot 10^{-23} \cdot [Kt^{2+}]}{K_{s,KtS}^0}}$ ni keltirib

chiqarib, unga to'rtinchi grupp kationlari sulfidlaridan eng eruvchani bo'lgan CdS ning eruvchanlik ko'paytmasi qiymatini ($K_{s,CdS}^0 = 1,2 \cdot 10^{-28}$) va $[Kt^{2+}] = 10^{-6}$ M ni qo'ysak:

$$[H^+] = \sqrt{\frac{1,08 \cdot 10^{-23} \cdot 10^{-6}}{1,2 \cdot 10^{-28}}} = 3 \cdot 10^{-4} \text{ M}$$

kelib chiqadi. Bundan $pH=0,52$ bo'ladi. Agar shunday hisoblash ZnS uchun amalga oshirilsa,

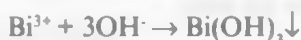
$$[H^+] = \sqrt{\frac{1,08 \cdot 10^{-23} \cdot 10^{-6}}{1,6 \cdot 10^{-24}}} = 2,6 \cdot 10^{-3} \text{ M va } pH=2,59$$

bo'ladi. Demak, rux sulfidni to'la cho'ktirish uchun $pH=2,59$ bo'lishi kerak ekan.

4.2. Vismut kationining reaksiyalari

Vismut (III) ioni suvli eritmalarida rangsiz. Uning ko'pchilik tuzlari gidrolizga moyil bo'lganligidan eritmalarini tayyorlashda tegishli kislota qo'shiladi. Qo'shilgan kislota gidroliz reaksiyasini suyatiradi.

1. O'yuvchi ishqorlar — NaOH, KOH Bi^{3+} ioni bilan suyultirilgan kislotalarda eriydigan $Bi(OH)_3$ oq cho'kmani hosil qiladi:



Reaksiyani hajarish uchun Bi^{3+} tuzining 2-3 tomchi eritmasiga 2-3 tomchi ishqor eritmasi qo'shiladi.

2. Suvning ta'siri (gidroliz). Vismut tuzlari suvda gidrolizlanib, gidroksi tuzlarning oq cho'kmalarini hosil qiladi:



Cho'kma xlorid kislotalada eriydi.

Reaksiyaning hajarilishi. $BiCl_3$ ning 2-3 tomchi eritmasiga 8-10 tomchi suv qo'shiladi. Bunda vismutol xloridning oq cho'kmasi tushadi. Hosil bo'lgan cho'kmaga xlorid kislota tomchilatib qo'shib turilsa, cho'kma erib ketadi.

3. Ammiak eritmasi ta'siridan Bi^{3+} ioni oq rangli asosli tuz hosil qiladi.

4. Natriy yoki kaliy karbonat Bi^{3+} ioni bilan oq rangli oksikarbonat hosil qiladi:

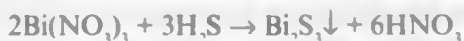


Vismut oksikarbonat nitrat kislotada eriydi.

5. Natriy gidrofosfat Bi^{3+} ioni bilan hatto suyultirilgan nitrat kislotada ham erimaydigan oq rangli vismut fosfatni hosil qiladi:



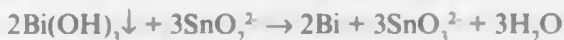
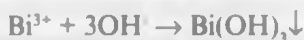
6. Vodorod sulfid — H_2S Bi^{3+} ioni bilan qo'ng'ir rangli Bi_2S_3 cho'kmani hosil qiladi:



Cho'kma qaynatilganda nitrat kislotada va konsentrlangan HCl da eriydi.

Reaksiyaning bajarilishi. Bi^{3+} tuzining 4-5 tomchi eritmasiga bir necha tomchi vodorod sulfidli suv qo'shiladi yoki eritmadan H_2S gazi o'tkaziladi.

7. Qalay (II) xlorid — SnCl_2 ishqoriy muhitda Bi^{3+} ionini Bi metaligacha qaytaradi:



Reaksiyaning bajarilishi. 2-3 tomchi SnCl_2 eritmasiga chayqatilgan holda avval cho'kmaga tushgan $\text{Sn}(\text{OH})_2$ to'la eriguncha va Na_2SnO_3 hosil bo'lgunicha tomchilatib NaOH eritmasi qo'shiladi. Olingan stannitning kuchli ishqoriy eritmasiga Bi^{3+} tuzi eritmasidan bir-ikki tomchi tomiziladi. Bi metalining qora cho'kmasi tushishi reaksiyaning tugashidan dalolat beradi.

8. Kaliy yodid — KJ vismut ioni bilan yetarli konsentratsiyali eritmalaridan qora rangli BiJ_3 cho'kmasini hosil qiladi. Reagentdan ortiqcha miqdor qo'shilsa, qora cho'kma erib ketadi va to'q sariq rangli kompleks ion hosil bo'ladi:



Agar eritma suv bilan ozroq suyultirilsa, yana qora cho'kma hosil bo'ladi:



Eritma kuchli suyultirilganda qora choʻkma (BiI_3) gidrolizlanib, toʻq sariq choʻkмага aylanadi:



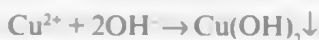
Reaksiyani bajarish uchun Bi^{3+} tuzining 2-3 tomchi eritmasiga bir tomchi KJ eritmasi qoʻshiladi. Soʻng, avval olingan qora choʻkma erib ketguncha va toʻq sariq rangli kompleks birikma eritmasi hosil boʻlguncha tomchilatib reagent qoʻshiladi.

9. Ammoniy sulfid — $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ taʼsiridan vismut ionini kolloid hosil qiladi.

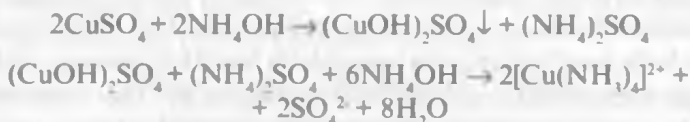
4.3. Mis kationining reaksiyalari

Misning eruvchan tuzlari havorang (koʻk). Unga choʻktirish, komplekslanish reaksiyalari xos.

1. Oʻyuvchi ishqorlar taʼsiridan mis ionini kislotalar va ammiakda eriydigan koʻk-yashil choʻkma hosil qiladi:

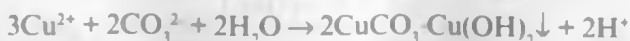
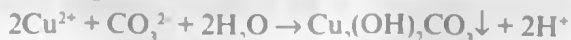


2. Ammiakning mis tuzlari bilan reaksiyasi mis ionini uchun xarakterli boʻlib, ancha seziluvchan reaksiyadir (suyultirish chegarasi 1:25000). Cu^{2+} ionini ammiak taʼsiridan avval yashil choʻkma — $(\text{CuOH})_2\text{SO}_4$ soʻngra ortiqcha qoʻshilgan reagent taʼsiridan toʻq koʻk rangli mis tetraammin kompleks ionini hosil qiladi:



Reaksiyani bajarishda Cu^{2+} tuzining 2-3 tomchi eritmasiga 1-2 tomchi NH_4OH eritmasi qoʻshiladi. Hidroksid tuz choʻkmasi hosil boʻlgach, choʻkma eriguncha NH_4OH qoʻshib boriladi.

3. Natriy yoki kaliy karbonat mis ionini bilan asosli tuzning nitrat kislotasi va ammiakda eriydigan yashil $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ yoki koʻk $2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ choʻkmasi hosil qiladi:



4. Natriy gidrofosfat — Na_2HPO_4 mis ionini bilan havorang choʻkma hosil qilib choʻkadi:

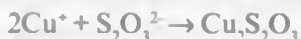
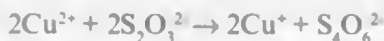


5. **Vodorod sulfid** — H_2S kislotali muhitda nitrat kislotalada eriydigan qora choʻkma hosil qiladi:



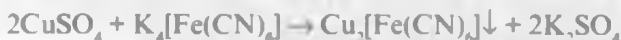
6. **Ammoniy sulfid** — $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ taʼsiridan mis ioni kolloid hosil qilib choʻkadi.

7. **Natriy tiosulfat** — $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ Cu^{2+} ioni eritmasi bilan kislotali muhitda (ozgina H_2SO_4) kompleks tuz hosil qiladi va eritma rangsizlanadi. Eritma ozroq qizdirilib, qora-qoʻngʻir rangli choʻkma olinadi:

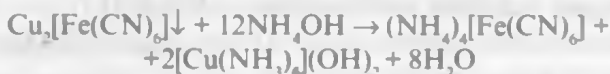


Bu reaksiyadan foydalanib, Cu^{2+} ioni Cd^{2+} ionidan ajratiladi ($\text{pH} < 7$ da Cd^{2+} ioni $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ taʼsiridan CdS choʻkma hosil qilmaydi).

8. **Kaliy geksatsianoferrat (II)** — $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ mis ioni bilan $\text{pH} \leq 7$ boʻlganda qizil rangli choʻkma hosil qiladi:



Hosil boʻlgan choʻkma suyultirilgan kislotalarda erimaydi, lekin ammiakda eriydi:



9. **Kaliy yodid KJ** Cu^{2+} tuzi eritmasiga qoʻshilganda Cu_2J_2 oq choʻkmasi hosil boʻlib, shu lahzadayoq choʻkmaning rangi ajralib chiqayotgan yod bilan niqoblanadi:



10. **Kaliy rodanid** — KSCN Cu^{2+} tuzi eritmasiga ($\text{pH} \leq 7$) qoʻshilganda oq rangli CuSCN choʻkmaga aylanadigan qora rangli $\text{Cu}(\text{SCN})_2$ choʻkma hosil boʻladi:



Qora cho'kmaning oqarishi sekin kechadi, biroq reaksiyani sulfit kislota (qaytaruvchi) tezlashtiradi. Ag^+ xalaqit beradi, Cd^{2+} xalaqit bermaydi.

11. Temir (III) xlorid va natriy tiosulfat (tomchi reaksiyasi) ishtirokida Cu^{2+} ioni bilan hosil bo'ladigan $[\text{Fe}(\text{S}_2\text{O}_3)_3]^{3-}$ kompleks ionning binafsha rangi bir lahzada yo'qoladi:



Cu^{2+} ioni bo'lmasa, kompleksning rangi sekin yo'qoladi:

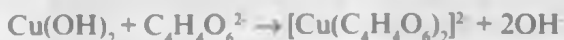


Reaksiyani bajarishda chinni plastinka chuqurchasining bittasiga mis tuzi eritmasidan bir tomchi, ikkinchisiga bir tomchi distillangan suv (*salt tajriba*) tomizing. Bu tomchilar ustiga bir tomchidan temir (III) xlorid eritmasidan va natriy tiosulfatning 0,3 N eritmasidan bir tomchidan tomizib, shisha tayoqchalar yordamida eritmalar aralashtirilsa, rangning turli tezlikda o'zgarayotganligini kuzatishingiz mumkin.

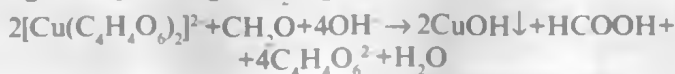
Ushbu reaksiyani SCN^- ion (indikator) ishtirokida o'tkazish ham mumkin. Bunda mis va distillangan suv tomchilariga temir (III) rodanid kompleksi tomiziladi. Mis bo'lganda rang darhol yo'qolsa, mis bo'lmagan chuqurchada rang asta yo'qoladi.

Mis ioni kompleks ionining dissotsilanishini kuchaytiribgina qolmay, balki temir (III) ionini tezda qaytarib, tetratonat hosil bo'lishini tezlashtiradi.

12. Segnet tuzi (kaliy natriy tartrat) — $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ mis (II) ionni eritmasiga ishqoriy muhitda ta'sir ettirilsa, to'q ko'k rangli ichki kompleks birikma - «Feling suyuqligi» hosil bo'ladi:



«Feling suyuqligi» aldegid gruppasi bo'lgan organik moddalarni oksidlaydi, natijada sariq rangli CuOH cho'kma hosil bo'lib, qizdirilganda qizil rangli Cu_2O ga aylanadi:

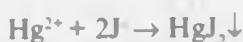
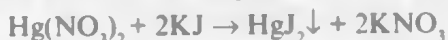


13. Alanga rangining bo'yalishi. Cu^{2+} tuzi eritmasiga nixrom sim botirib, rangsiz gaz gorelkasi alangasiga tutilsa, alanga yashil rangga bo'yaladi.

4.4. Simob (II) kationining reaksiyalari

Simobning eruvchan tuzlari rangsiz. Simobga cho'ktirish, komplekslanish va qaytarilish reaksiyalari xosdir.

1. Kaliy yodid — KJ simob (II) tuzlari bilan $\text{pH} < 7$ bo'lganda HgJ_2 ning qizil cho'kmasini hosil qiladi:



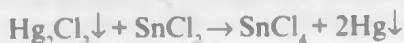
Hosil bo'lgan cho'kma KJ ning ortiqcha miqdorida rangsiz kompleks ion - HgJ_4^{2-} hosil qilib eriydi:



Eritmaga ammiak eritmasi tomizilsa, NH_4^+ ga xos bo'lgan merkuriy ammoniy yodid cho'kmasi hosil bo'ladi (ammoniy ionining reaksiyalarini qarang).

Ushbu reaksiya Hg^{2+} ionini uchun asosiy sifat reaksiyalardan biri hisoblanadi.

2. Qalay (II) xlorid Hg^{2+} ionini bilan ta'sirlashib, uni Hg^+ ioniga qaytaradi. Bunda oq rangli Hg_2Cl_2 hosil bo'ladi. SnCl_2 eritmasidan ortiqcha miqdorda qo'shilsa, oq rangli Hg_2Cl_2 cho'kma qorayadi. bu uning simob metaligacha qaytarilishidan darak beradi:



3. Ammiak eritmasidan 3-4 tomchi olib, unga 2-3 tomchi simob (II) tuzi eritmasidan tomizilsa, kislotalarda eriydigan simob amidoxloridning (kompleks) oq cho'kmasi hosil bo'ladi:

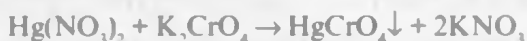


4. O'yuvchi ishqorlardan birining bir necha tomchisiga 2-3 tomchi Hg^{2+} tuzi eritmasi tomizilsa, kislotalarda eriydigan sariq rangli HgO cho'kma hosil bo'ladi:



5. Kaliy xromat — K_2CrO_4 simob (II) tuzi eritmasiga ta'sir ettirilganda sariq rangli HgCrO_4 cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma

ustidagi eritmasi bilan biroz qoldirilsa, asosli tuz hosil bo'lishi natijasida cho'kma qizaradi:



6. Natriy yoki kaliy karbonat simob (II) ioni bilan ta'sirlashganda nitrat kislotada eriydigan qizil-qo'ng'ir rangli simob oksikarbonat cho'kmasi hosil qiladi.

7. Natriy gidrofosfat — Na_2HPO_4 ta'siridan simob (II) ioni oq rangli simob (II) fosfat cho'kmasini hosil qiladi.

8. Vodorod sulfid — H_2S kislotali muhitda simob (II) ioni eritmasidan o'tkazilganda, hosil bo'ladigan oq rangli $\text{Hg}_2\text{S}_2\text{Cl}_2$ cho'kma oldin sarg'ayadi, so'ngra qo'ng'ir rangga kiradi va keyin qora rangli HgS cho'kma hosil qiladi.

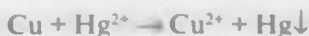


Hosil bo'lgan cho'kma natriy sulfid ta'siridan tiotuz hosil qilib eriydi:



HgS cho'kmasi ishqorlar ta'siridan ham eriydi, chunki cho'kma sirtiga adsorбилangan vodorod sulfid ishqor bilan natriy sulfid hosil qiladi.

9. Mis metali plastinkasi simob (II) ioni eritmasiga tushirilganda simobning qaytarilishi natijasida plastinka ustida kumushrang qoplama hosil bo'ladi:



Reaksiyani bajarishda kislotali muhitga keltirilib tekshiriladigan simob (II) tuzi eritmasi tomizilgan mis plastinkani mo'rili shkaf ostida oz vaqt, sekin qizdiring. Qizdirishni to'xtatib, plastinkadagi ho'l dog'ni momiq parchasi bilan arting.

10. Mis (I) yodid tekshiriladigan simob (II) ioniga ta'sir ettirilsa, qizil yoki to'q sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi.

Reaksiyani bajarishda filtr qog'ozi yoki chinni plastinkaga 1 millilitrida 0,05 g KJ va 0,2 g $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ bo'lgan eritmadan bir tomchi va bir millilitrida 0,05 g mis (II) sulfatning xlorid kislotali

eritmasidan bir tomchi tomizing. Hosil bo'lgan aralashmaga bir tomchi tekshiriladigan simob (II) eritmasidan tomizing.

Reaksiya tenglamasini quyidagicha ifodalash mumkin:



11. Difenilkarbazid simob tuzlari bilan binafsha yoki ko'k rangli cho'kma hosil qiladi.

Reaksiyani bajarishda uchun nitrat kislotali muhitga keltirilgan tekshiriladigan simob (II) tuzi eritmasiga bir necha tomchi difenilkarbazid eritmasi qo'shiladi. Topilish minimumi 1 mkg. xloridlarning konsentratsiyasi katta bo'lsa, kam dissotsilanadigan simob (II) xlorid hosil bo'lishi reaksiyaning sezuvchanligini kamaytirib yuboradi. Xromat, molibdat, mis (II), temir (III), kobalt (II) singari ionlar reaksiyaga xalaqit beradi.

Eslatma. Simob (II) tuzlari va Hg metali bug'lari zaharli. Ular bilan ehtiyot bo'lib, xavfsizlik qoidalariga rioya qilgan holda ishlash zarur. Ish tugagach, qo'llar sovunlab yuvilishi kerak.

4.5. Kadmiy kationining reaksiyalari

1. O'yuvchi ishqorlar eritmasining 2-3 tomchisiga bir necha tomchi Cd^{2+} tuzi eritmasi tomizilsa, kislotalarda eriydigan oq $\text{Cd}(\text{OH})_2$ cho'kma hosil bo'ladi:



2. NH_3 eritmasi Cd^{2+} ionini bilan ta'sirlashganda, $\text{Cd}(\text{OH})_2$ tarkibli oq cho'kma tushadi. Agar reagent mo'lroq olinsa, cho'kma reagent ta'sirida erib, rangsiz ammiakli kompleksga aylanadi:

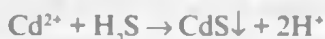


Bu hodisadan Cd^{2+} va Cu^{2+} ionlarini Bi^{3+} ning NH_4OH da erimaydigan asosli tuzi cho'kmasidan ajratib olishda foydalaniladi.

3. Natriy yoki kaliy karbonat ta'sirlashganda kadmiyning oq rangli oksikarbonati hosil bo'ladi.

4. Natriy gidrofosfat kadmiy ioni bilan ta'sirlashganda, nitrat kislota va ammiakda eriydigan oq rangli kadmiy fosfat cho'kmasi hosil bo'ladi.

5. Vodorod sulfid Cd^{2+} bilan kislotali, neytral va ishqoriy ($\text{pH} \leq 0,5$) muhitda ta'sirlashib, ishqorlar va sulfidlarda erimaydigan sariq rangli CdS cho'kmasini hosil qiladi:



Reaksiyani bajarishda Cd^{2+} tuzi eritmasiga kislotali muhitga kelguncha 2 N HCl eritmasi qo'shib aralashtiriladi va chayqatilib turilgan holda eritmaga NH_4Cl tuzi qo'shiladi. Eritma isitilib, unga H_2S eritmasi quyiladi. Agar eritmada Cu^{2+} ioni bo'lsa, qora rangli CuS cho'kmasi tushadi. Cho'kma ajratilgach, sentrafugat suv bilan bir necha marta suyultirilib, unga H_2S eritmasidan yana qo'shiladi. Bunda sariq cho'kmaning hosil bo'lishi, eritmada Cd^{2+} ioni borligidan dalolat beradi.

Kislota va galogenidlarning mo'l miqdorlari reaksiyaning borishiga xalaqit beradi. Eruvchanlik ko'paytmasi ancha kichik bo'lgan mis sulfid, CdS dan farqli ravishda, kuchli kislotali va ammoniy xloridning ko'p miqdori ishtirokida cho'kadi. Misni kadmiydan ajratishda uning bu xossasidan foydalaniladi.

6. Kaliy yodid — KJ kadmiy ioni bilan CdJ_4^{2-} kompleks ionini hosil qiladi.

7. Glitserin yordamida Cd^{2+} ioni Cu^{2+} , Pb^{2+} va Bi^{3+} ionlari aralashmasidan ajratiladi. Cu^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} ionlari glitserin bilan ta'sirlashib, glitseratlar hosil qiladi. Glitserat komplekslarining hosil bo'lishi tufayli NaOH ta'siridan gidroksidlar yoki asosli cho'kmalar hosil bo'lmaydi. Cd^{2+} ioni esa glitserin ishtirokida NaOH bilan $\text{Cd}(\text{OH})_2$ cho'kmasini hosil qiladi. Hosil bo'lgan cho'kma ajratilib, bir necha marta distillangan suv bilan yuvilgach, HCl eritmasida eritiladi va Cd^{2+} ioniga xos reaksiyalar o'tkaziladi. Sentrafugatga CH_3COOH ta'sir ettirib, glitseratlar parchalanadi. So'ngra Cu^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} ketma-ketlikda alohida xususiy reaksiyalar yordamida ionlar topiladi.

8. Kaliy tetrayodidovismutat (III) tomchisini filtr qog'oziga tomizib, unga bir tomchi kadmiy tuzi eritmasi tomizilsa, BiJ_3 ning qora dog'i paydo bo'ladi:





Qora dog' KJ va $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ qo'shilganda yo'qoladi.

4.6. Mishyak (III) kationining reaksiyalari

As^{3+} ioni eritmalarda ko'pincha AsO_2 anioni shaklida uchraydi. Eritmaga kislota ta'sir ettirilsa, As^{3+} kationi hosil bo'ladi. As^{5+} ionini esa faqat AsO_4^{3-} hosil qiladi va uning suvli eritmasi rangsiz bo'ladi.

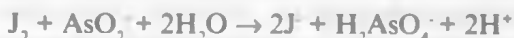
1. Kumush nitrat — AgNO_3 eritmasiga AsO_2 tuzi eritmasi qo'shilganda sariq rangli Ag_3AsO_3 cho'kmasi hosil bo'ladi:



Cho'kmaga HNO_3 va NH_4OH ta'sir ettirilsa, $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ kompleks ionning eritmasi hosil bo'ladi:



2. Yod eritmasi AsO_2 ionini neytral yoki kuchsiz ishqoriy muhitda AsO_4^{3-} ionigacha oksidlaydi va yodning qo'ng'ir rangi yo'qoladi:



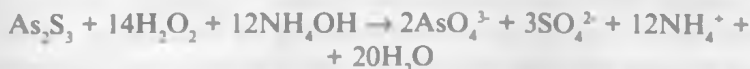
Reaksiyani bajarish uchun probirkaga 2-3 tomchi NaAsO_2 eritmasidan solib, unga biroz qattiq NaHCO_3 qo'shib, so'ngra yodning spirtli eritmasidan bir tomchi tomizing.

3. Vodorod sulfid — H_2S mishyak (III) ioni bilan kuchli kislotali muhitda ta'sirlashib, nitrat kislota, ammiak, ammoniy karbonat, ammoniy polisulfid, natriy sulfid va ishqorlarda eriydigan sariq rangli As_2S_3 cho'kma hosil qiladi. As_2S_3 cho'kmani to'la cho'ktirishning asosiy sharti, eritmada yetarli darajada mo'l HCl bo'lishidir.

As_2S_3 cho'kmasi konsentrlangan nitrat kislota, zar suvi singari kuchli oksidlovchilar ta'siridan kislotali muhitda oksidlanib, arsenatga aylanadi:



Ishqoriy muhitda vodorod peroksid, gipoxlorit singari oksidlovchilar ham IV gruppning polisulfidlarini oksidlaydi:



Ishqorlar va ammoniy karbonat ta'siridan barcha polisulfidlar tiotuzlar va oksituzlar hosil qiladi va cho'kmalar eriydi:



4.7. Mishiyaq (V) kationining reaksiyalari

1. Kumush nitrat — AgNO_3 eritmasi AsO_4^{3-} eritmasi bilan nitrat kislota va ammiakda eriydigan qo'ng'ir rangli Ag_3AsO_4 cho'kma hosil qiladi:



2. Kaliy yodid KJ eritmasiga AsO_4^{3-} eritmasi ta'sir ettirilsa, kislotali muhitda yodid yodgacha oksidlanib, eritma qo'ng'ir rangga kiradi:



Reaksiyaning sezuvchanligini oshirish uchun unga kraxmal (ko'k rang) yoki organik erituvchi (ekstraksiya) qo'shish mumkin. Mazkur reaksiya yuqoridagi reaksiyaning teskarisi bo'lganligidan uning o'ngga siljishini ta'minlash maqsadida eritmaga ko'proq miqdor kislota qo'shish kerak bo'ladi.

3. Vodorod sulfid ta'siridan kuchli kislotali muhitda mishiyaq (V) ion nitrat kislota, ammoniy polisulfid, natriy sulfid va ishqorlarda eriydigan As_2S_3 cho'kmasi hosil qiladi. Konsentrlangan nitrat kislota ta'sirida cho'kma erib arsenat anionini hosil qiladi:



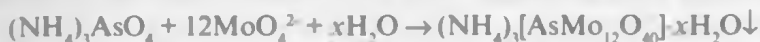
4. Ammiak va ammoniy xlorid ishtirokida Mg tuzlari bilan AsO_4^{3-} kislotalarda eriydigan va 2,5 % li amalda ammiak eritmasida erimaydigan oq kristall cho'kma hosil qiladi:



Reaksiyani bajarishda 2-3 tomchi arsenat eritmasiga 3-4 tomchi ammiak, ammoniy xlorid va magniy tuzi aralashmasi qo'shib, biroz qizdiriladi.

Mazkur reaksiya mikrokristalloskopik reaksiya tarzida ham o'tkazilishi mumkin. Buning uchun mikroskopning kuzatish oynasiga bir tomchi tekshiriladigan arsenat eritmasi va ammiak, ammoniy xlorid hamda magniy tuzi aralashmasining bir tomchisi qo'shiladi. Hosil bo'lgan kristallar ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kristallariga o'xshaydi) mikroskop yordamida kuzatiladi.

5. Ammoniy molibdatning nitrat kislotadagi eritmasi (molibdenli suyuqlik) arsenat ioni bilan sariq kristall cho'kma - ammoniy arsenomolibdat hosil qiladi:



Reaksiyani bajarishda 3-4 tomchi arsenat eritmasiga 5-7 tomchi tarkibida NH_4NO_3 (reaksiyaning sezuvchanligini oshiradi) bo'lgan ammoniy molibdatning nitrat kislotadagi eritmasi ($\text{pH} \leq 1$) («molibdenli suyuqlik») qo'shib, eritma bir necha daqiqa suv hammomida 100°C gacha qizdiriladi (*aralashmani uzoq qizdirish yaramaydi, bunda mishyak (III) ioni mishyak (V) ionigacha oksidlanishi mumkin*). Hosil bo'lgan sariq cho'kma HNO_3 da erimaydi, ammiak va o'yuvchi ishqorlarda eriydi. Reaksiya fosfat ioni bo'lmagan sharoitda (*xuddi shunday cho'kma hosil qiladi*) o'tkazilishi kerak.

6. **Mishyak ionlarini qaytarish.** Mishyak (III) va mishyak (V) ionlarini arsin yoki erkin mishyakkacha qaytarish orqali reaksiya sezuvchanligini ancha oshirish mumkin.

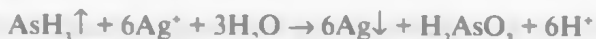
Mishyak ionlarini arsingacha qaytarish kislotali yoki ishqoriy muhitda o'tkazilishi mumkin. Arsin (*juda zaharli bo'lganidan, reaksiya albatta ishlab turgan mo'rili shkafda o'tkazilishi kerak*) hosil bo'lganligini kumush nitrat eritmasi bilan ho'llangan filtr qog'ozining kumush metali hosil bo'lishi natijasida qorayishi tufayli bilib olish mumkin.

1. **Kislotali muhitda qaytarish** (N.A.Tananaev usuli) uchun bir necha tomchi xlorid kislota solingan mikrotigel filtr qog'ozini ustiga joylashtiriladi. Qog'ozning tigel atrofidagi qismi kumush nitrat eritmasi bilan ho'llanadi. So'ngra tigelga bir parcha magniy yoki rux metali tashlab, tigel va ho'llangan filtr qog'oz ustiga darhol uchi rezina qalpoq bilan berkitilgan kichkina voronka o'rnatiladi. Agar bir necha daqiqa o'tgandan keyin qog'oz qoraymasa, reaktivlar tozaligiga ishonch hosil qilib, mishyakni topishga kirishish mumkin. Bu tajriba yuqoridagi tartibda takrorlanadi. Faqat tigelga xlorid kislota va magniy bilan birgalikda 2-3 tomchi tekshiriladigan mishyakli eritma ham solinadi. Filtr qog'ozining qorayishi mishyak borligini ko'rsatadi.

Tigelda:

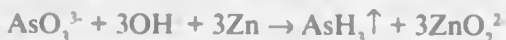


va qog'ozda:



reaksiyalar sodir bo'ladi. Shuni unutmaslik kerakki, xuddi shunday sharoitda hosil bo'ladigan SbH_3 ham kumush ionini metallgacha qaytaradi. Shuningdek, sulfid ioni ishtirokida qora rangli Ag_3S cho'kma hosil bo'ladi.

2. Ishqoriy muhitda AsO_3^{3-} ni qaytarish vaqtida xlorid kislota 30 % li NaOH bilan magniy esa alyuminiy yoki rux kukuni bilan almashtiriladi. Bunda tigelda quyidagi reaksiya sodir bo'ladi:



Ishqoriy muhitda AsO_4^{3-} ioni qaytarilmaydi, shu bois u oldin sulfat kislota ishtirokida kaliy yodid ta'siridan AsO_3^{3-} gacha qaytarilgan va yod uchirib yuborilgan bo'lishi kerak. Ishqoriy muhitda surma SbH_3 gacha qaytarilmaganligi uchun reaksiyaga surma xalaqit bermaydi.

3. Mishiyaq (III) va mishiyaq (V) ni erkin holatgacha qaytarish uchun konsentrlangan xlorid kislotali eritmadagi SnCl_2 dan foydalaniladi:



Bu reaksiya mishiyaqni boshqa ionlar ishtirokida topishga imkon beradi.

Reaksiyani bajarishda mikrotigelga tekshiriladigan eritmadan 1-2 tomchi, 2 tomchidan ammiak, vodorod peroksid (AsO_3^{3-} ni AsO_4^{3-} gacha oksidlash uchun) va magniy xlorid eritmalaridan tomiziladi. Natijada $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$ cho'kma hosil bo'ladi. Eritma qurigunga qadar sekin bug'latilgandan so'ng, qoldiq ishtiroki gumon qilinadigan HgCl_2 ni uchirib yuborish uchun qattiq qizdiriladi. Qizdirish natijasida $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$ cho'kma uchmaydigan $\text{Mg}_3\text{As}_2\text{O}_7$ ga aylanadi. Quruq qoldiq sovigandan keyin unga bir necha tomchi konsentrlangan HCl eritmasidagi SnCl_2 solinadi va ozroq qizdiriladi, eritma qo'ng'irlashib, qora rangli As cho'kma hosil bo'ladi.

4.8. Surma (III) kationining reaksiyalari

Surma o'z birikmalarida III va V valentli bo'ladi. Barcha surma tuzlarining eritmaları rangsiz. Ularga cho'ktirish, qaytarish va komplekslanish reaksiyalari xosdir.

1. Suv ta'siri (gidroliz) natijasida surma (III) tuzlari oq rangli asosli tuzlar - antimonillar, masalan, SbOCl hosil qilib cho'kadi:



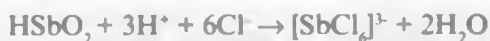
Reaksiyani bajarishda 3-4 tomchi SbCl_3 eritmasi bir necha tomchi distillangan suv bilan suyultirilganda, SbOCl tarkibli asosli tuz cho'kadi. Cho'kma mo'l HCl ning issiq eritmasida eriydi. Bu reaksiyaning o'ziga xosligi shundaki, SbOCl cho'kmasi shu tarkibli boshqa IV grupp kationlaridan farq qilib, vino kislotasi eritmasida kompleks birikma hosil qilib eriydi:



2. O'yuvchi ishqorlar va ammiak surma (III) ionini bilan ta'sirlashib, oq rangli metaantimonat kislotasi cho'kmasi hosil qiladi:



Hosil bo'lgan cho'kma kuchli kislotalarda ham, ishqorlarda ham eriydi:



3. Natriy tiosulfat kuchsiz kislotali muhitda SbCl_3 eritmasi bilan qizdirilganda, surma oksosulfidning qizil cho'kmasini hosil qiladi:



Mo'l kislotasi reaksiyaga xalaqit beradi, u natriy tiosulfat bilan ta'sirlashib, S va SO_2 hosil qiladi.

4. Nessler reaktivi – $\text{K}_2[\text{HgJ}_4]$ eritmasiga 3-4 tomchi SbCl_3 eritmasi va 1-2 tomchi ishqor eritmasi ta'sir ettirilsa, $\text{K}_2[\text{HgJ}_4]$ simobgacha qaytariladi (qora cho'kma). Bu reaksiyaga Sn^{2+} ionini xalaqit beradi, shuning uchun undan Sn^{2+} ionini ajratilgach, foydalanish mumkin. Surma (V) bunday reaksiyada qatnashmaydi.

5. Oksixinolin KJ ishtirokida kuchli kislotali muhitda ($\text{pH} < 1$) Sb^{3+} kationlari bilan sariq rangli $\text{C}_6\text{H}_7\text{ONHSbJ}_4$ tarkibli cho'kma hosil qiladi. Bu reaksiyadan qalay va mishtirokida (boshqa ionlar bo'lmaganda) surma (III) ionini topishda foydalaniladi.

Reaksiyani bajarishda probirkaga 2-3 tomchi tekshiriladigan eritma, bir necha tomchi 6 N HCl eritmasi, 1-2 tomchi oksixinolin eritmasi va 1-2 tomchi KJ eritmasi tomiziladi. Natijada sariq cho'kma hosil bo'ladi.

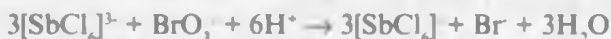
6. Vodorod sulfid kuchli kislotali muhitda surma (III) ionini bilan to'q sariq-qizil rangli Sb_2S_3 cho'kma hosil qiladi. Hosil bo'lgan cho'kma nitrat kislotada erib, oq rangli metaantimonat kislotaga aylanadi:



Cho'kma, shuningdek, konsentrlangan xlorid kislotada ham (mishyak polisulfidlaridan farqli ravishda) eriydi:



7. Sb^{3+} ni oksidlab Sb^{5+} ga aylantirish uchun kislotali muhitda kuchli oksidlovchi ta'sir ettiriladi:



Mazkur reaksiya natijasida hosil bo'lgan Br^- ion eritmadagi ortiqcha bromat ta'siridan oksidlanib, qo'ng'ir rangli brom ajraladi:



4.9. Surma (V) ionlarining reaksiyalari

1. O'yuvchi ishqorlar va ammiak surma (V) eritmasi bilan ta'sirlashganda, metaantimonat kislotaning oq cho'kmasi hosil bo'ladi:



Reaksiyani bajarishda surma (V) xloridning 1-2 tomchisiga 2-3 tomchi NaOH , KOH yoki NH_3 eritmasi tomiziladi.

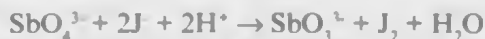
2. Suv ta'sirida surma (V) xloriddan gidroliz natijasida asosli tuzning oq rangli cho'kmasi hosil bo'ladi:



Mo'l miqdor HCl qo'shib, eritma qizdirilsa, cho'kma erib ketadi.

3. Vodorod sulfid kuchli kislotali muhitda surma (V) ionini bilan to'q sariq-qizil rangli Sb_2S_5 cho'kmasi hosil qiladi.

4. Kaliy yodid - KJ surma (V) ionini qaytaradi va yod ajralib chiqadi:



4.10. Qalay (II) kationining reaksiyalari

Qalay birikmalarda ikki va to'rt valentli bo'ladi. Qalay tuzi eritmalari rangsiz. Qalay ionlariga cho'ktirish va qaytarish reaksiyalari ko'proq xosdir.

1. O'yuvchi ishqorlar va ammiak Sn^{2+} ionini bilan ta'sirlashganda, kislotalar va ortiqcha ishqorlarda eriydigan oq rangli amfoter birikma $\text{Sn}(\text{OH})_2$ cho'kmasini hosil qiladi:

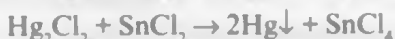


2. Sn^{2+} ta'siridan qaytarish reaksiyalari asosida hosil bo'lgan mahsulotlar yordamida qalay (II) ionni topish mumkin. Ma'lumki, $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}$ juftning normal potentsiali ($E_0 = 0,15$ B) uning kuchli qaytaruvchi ekanligidan dalolat beradi.

1. *Fe^{3+} ni Fe^{2+} ga qaytarishda* 2-3 tomchi FeCl_3 eritmasiga 2 tomchi HCl ishtirokida 3-4 tomchi $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ eritmasidan qo'shiladi. Tayyorlangan aralashmaga SnCl_2 eritmasidan 3-4 tomchi tomizilgan zahoti turnbul ko'kiga xos to'q ko'k cho'kma hosil bo'ladi:

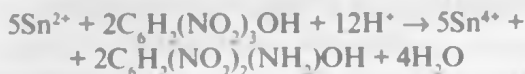


2. *Simob (II) xloridni qaytarishda* 2-3 tomchi SnCl_2 eritmasiga bir tomchi HgCl_2 eritmasi qo'shilganda, Hg_2Cl_2 ning oq cho'kmasi hosil bo'ladi. Birozdan so'ng, cho'kma metall holatdagi Hg gacha qaytarilib, qorayadi:



Bu reaksiya Sn^{2+} ionini topishda asosiy analitik reaksiya sifatida qo'llaniladi.

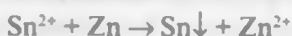
2.3. *Pikrin kislotaning qaytarilishi* Sn^{2+} ionini topishda o'ziga xos reaksiya sanaladi. Bu reaksiyani gazeta qog'ozida tomchi usulida bajarish qulay. Buning uchun qog'ozga pikrin kislotaning bir tomchi suvli eritmasi va bir tomchi qalay (II) eritmasi tomiziladi. Qog'ozni ozroq qizdirganda eritmalarning yutilishi tezlashib, natijada pikramin kislotaning yorqin to'q sariq rangli dog'i paydo bo'ladi:



Reaksiyani ishqoriy muhitda probirkada ham o'tkazish mumkin. Bunda 5 tomchi tekshiriladigan eritmaga bir tomchi pikrin kislota va $\text{Sn}(\text{OH})_2$ cho'kmasi hosil bo'lguncha tomchilatib, ammiak eritmasi qo'shib, aralashma qizdiriladi. Hosil bo'ladigan pikramin kislota eritma va cho'kmani qizil rangga bo'yaydi.

Kumush va simob ionlari ishtirokida ularning qaytarilishi natijasida hosil bo'ladigan erkin metallarning qora rangi pikramin kislotaning qizil rangini niqoblab, reaksiyaga xalaqit beradi.

4. Rux metali qalay (II) va (IV) ionlarini metallgacha qaytaradi, natijada kulrang cho'kma paydo bo'ladi:



Qalay metali xlorid kislota eriganligi uchun muhitning kislotaliqi yuqori bo'lmisligi kerak.

4.11. Qalay (IV) kationining reaksiyalari

1. Ishqorlar va ammiak qalay (IV) ioni bilan ta'sirlashib, kislotalar va mo'l ishqorda eriydigan oq rangli ortostannat kislota ivig'ini hosil qiladi:

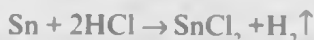


Reaksiyani bajarishda qalay (IV) xlorid eritmasining 1-2 tomchisiga 2-3 tomchi ishqor yoki ammiak eritmasi tomiziladi.

2. Sn^{4+} ni Sn^{2+} gacha qaytarish uchun Fe dan foydalanish mumkin. Mg, Al singari metallar kislota kam bo'lganda, qalay (IV) ni metall holigacha qaytarishi mumkin. Shuning uchun uni temir yordamida qaytarish qulay.



Qaytarish magniy yoki alyuminiy ta'sirida bajarilganda kulrang qalay metali hosil bo'lgan bo'lsa, cho'kmaga bir necha tomchi konsentrlangan HCl ta'sir ettirib, cho'kmani eritish mumkin:



Qalay (IV) ionini qalay (II) gacha qaytarib topish qulay.

3. Sn^{4+} va Sn^{2+} ni SnH_4 gacha qaytarishda soat oynasiga 2-3 tomchi tekshiriladigan eritma va bir necha tomchi konsentrlangan HCl tomiziladi va hosil bo'lgan aralashmaga bir parcha rux metali tashlanadi. Qisqich bilan mikrotigelni qisib, uning tubi hosil qilingan eritmaga botirilib, biroz ushlab turiladi va so'ngra darhol gorelkaning alangasiga tutilsa, alanga ko'kish rangga bo'yaladi. Bu rang SnH_4 ning yonishiga mos keladi.

4.12. To'rtinchi grupp kationlari aralashmasining analizi

IV grupp kationlari aralashmasining analizi taxminiy sinash natijalariga tayangan holda turli xil tartibda o'tkazilishi mumkin. Biz quyida IV grupp kationlarining barchasi qatnashgandagi analizini keltiramiz.

Taxminiy sinashlar davomida quyidagilar baholanishi kerak:

1. *Eritmaning pH qiymatini* aniqlash uchun universal indikator qog'ozidan foydalanish mumkin. Universal indikator qog'ozining pH ni ± 1 aniqlikda baholash imkonini beradi. Eritmaning pH qiymatini aniq o'rnatish uchun tekshiriladigan eritmaga 25% li ammiak eritmasi tomizilib neytrallanadi. Agar bunda eritmaning muhiti ishqoriyga o'tib qolsa, unga 2 N HCl eritmasidan qo'shib, pH~7 bo'lguncha neytrallanadi. Agar tekshiriladigan eritma ishqoriy muhitga ega bo'lsa, u HCl yordamida neytrallanadi.

Neytral eritmaga shuncha hajm 0,6 N HCl eritmasidan qo'shilsa, kislotaning konsentratsiyasi 0,3 N bo'ladi, bu esa muhitning taxminan pH~0,5 bo'lishiga mos keladi.

2. *Mis gruppachasi kationlarining mavjudligini* aniqlash uchun pH qiymati 0,5 ga keltirilgan eritmada H₂S o'tkaziladi. Qora cho'kmaning tushishi mis gruppachasi ionlarining borligini ko'rsatadi.

Sistematik analizning borishi

Agar tekshiriladigan eritmada I-IV grupp kationlarining barchasi ishtirok etayotgan bo'lsa, dastlab eritmada ammoniy, fosfat, sulfat, temir (II), temir (III) ionlarining mavjudligi tekshirib ko'riladi. So'ngra IV grupp kationlarining sulfid va polisulfidlari cho'ktiriladi.

1. *IV grupp kationlarining sulfid va polisulfidlarini cho'ktirish* ancha mas'uliyatli va murakkab ish hisoblanadi. Buning sababi, asosan quyidagilardan iborat:

– Vodorod sulfid bilan cho'ktirishning oxirida eritmaning pH qiymati 0,5 dan oshmasligi kerak, aks holda rux, kobalt va nikel ionlarining sulfidlari ham cho'ka boshlaydi. Ishqoriy muhitda qalay (IV), mishyak va surmaning barcha ionlari sulfidlar shaklida cho'kmasdan, eruvchan tiotuzlar hosil qiladi. Agar pH<0,5 bo'lsa-da, sulfidlarning to'la cho'kishiga erishilmaydi. Eritmaning pH qiymati analizning boshlanishida 0,5 ga teng bo'lsa-da, reaksiya davomida u

ortadi va cho'ktirish to'la bo'lmaydi. Agar cho'ktirishning boshidan oxirigacha $\text{pH}=0,5$ qiymatda ushlab turilsa ham mishyak (V) ioni to'la cho'kmaydi. Shuning uchun uni dastavval cho'ktirish talab etiladi.

– Cho'ktirish davomida sulfidlarning birga cho'kish imkoniyatini hisobga olishga to'g'ri keladi.

2. Mis gruppachasi kationlari sulfidlarini cho'ktirish uchun tekshiriladigan eritma uch bo'lakka bo'linib, uning bir qismi 6 N ammiak eritmasi yordamida neytrallanadi. Bu vaqtda IV grupp qationlarining gidroksidlari va oksituzlari cho'kmaga tushishi mumkin. Neytral eritmaga shuncha hajmdagi 1,2 N HCl eritmasi qo'shilganda, eritmadagi HCl ning konsentratsiyasi uning ikki marta suyultirilishi oqibatida 0,6 N bo'ladi. Eritmani qaynaguncha qizdirib, undan vodorod sulfid o'tkaziladi. Eritmani qizdirish natijasida mishyak tioangidridlari hosil bo'lib, kolloidlar hosil bo'lishining oldi olinadi. Vodorod sulfidni o'tkazish eritmaning sovishigacha davom ettiriladi. Harorat pasayishi bilan vodorod sulfidning eruvchanligi ortib, sulfidlarning eruvchanligi kamayadi. Vodorod sulfid bilan to'yintirilgan eritmaning hajmi ikki marta ortguncha unga vodorod sulfidli suv qo'shib suyultiriladi. Tekshiriladigan eritmani vodorod sulfidli suv bilan suyultirganda undagi HCl konsentratsiyasi $\sim 0,3$ N ga va $\text{pH} \sim 0,5$ ga (metil binafsha indikator) mos keladi. Suyultirilgan aralashma yana qaynaguncha qizdirilib, undan vodorod sulfid o'tkaziladi. Qizdirish to'xtatilgandan so'ng ham eritma soviguncha undan H_2S o'tkazish davom ettirib turiladi. Eritma soviganidan keyin, to'la cho'kish tekshirib ko'riladi. Agar to'la cho'kishga erishilmagan bo'lsa, unga yana hajmining 0,2 ulushicha vodorod sulfidli suv qo'shiladi. To'la cho'kishga erishilgandan so'ng, cho'kmani eritmadan ajratiladi. Cho'kmada Bi_2S_3 , CuS , CdS , HgS , As_2S_3 , As_2S_5 , Sb_2S_3 , Sb_2S_5 , SnS , SnS_2 + S, PbS va IV gruppaning boshqa kationlari sulfid va polisulfidlari bo'ladi (1-cho'kma). Agar faqat IV grupp kationlari aralashmasi tekshirilayotgan bo'lsa, eritma (1-eritma) tashlab yuboriladi. Agar I-IV gruppalar kationlari aralashmasi tekshirilayotgan bo'lsa, eritmadan I-III grupp kationlari aralashmasi topiladi (2.7. va 3.1-bandlar). Vodorod sulfid bilan cho'ktirish davomida AsO_4^{3-} ionining bir qismi 1-eritmada qolishi mumkin. Shunday ekanligini tekshirib ko'rish maqsadida, 1-eritmaning bir qismini olib, unga konsentrlangan HCl qo'shiladi. Eritma qizdirilib, undan vodorod sulfid o'tkazilganda sariq cho'kma tushsa, bu As_2S_3 cho'kkanligini ko'rsatadi. Agar sariq cho'kma tushishi kuzatilsa, 1-eritmaning barcha qismidagi mishyak cho'ktirilib, tekshirib ko'riladi.

3. *IV grupp kationlari polisulfidlarini eritish va ajratish* uchun 1-cho'kmaga $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ va $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2$ aralashmasi qo'shib qizdiriladi. Eritma dekantatsiyalab, cho'kmadan ajratiladi. Bu qilingan ish 2-3 marta takrorlangandan so'ng cho'kmada Bi_2S_3 , CuS , CdS , HgS , PbS sulfidlar (2-cho'kma) qolib, eritmaga AsS_4^{3-} , SbS_4^{3-} , SnS_3^{2-} (2-eritma) o'tadi.

2. *Mis gruppachasi kationlari analizi*. Mis gruppachasi kationlarini analiz qilish HgS ni ajratishdan boshlanadi.

1. *HgS ni ajratish* uchun 2-cho'kmaga sekin qizdirib turib, 3 N HNO_3 qo'shiladi. Bunda HgS erimay va PbS PbSO_4 ga aylanib cho'kmada (3-cho'kma) qoladi, boshqa sulfidlar eritmaga (3-eritma) o'tadi. 3-cho'kma sentrifugalab ajratiladi va undan simob (II) ion topiladi.

2. *Hg²⁺ ionni topishda* 3-cho'kma xlorid kislotaning vodorod peroksid bilan aralashmasi yoki zar suvida eritiladi. Bunda HgS erib Hg^{2+} ionni eritmaga o'tadi. Eritmadagi ortiqcha vodorod peroksidni eritmani qaynatish orqali yo'qotilgach Hg^{2+} ioniga xos reaksiyalar (SnCl_2 , KJ , Cu) qilib ko'riladi.

3-eritmadagi vismut, kadmiy va mis ionlarini bir necha usullar yordamida topish mumkin.

3. *Vismut, mis va kadmiy ionlarini topish usullari*

Ammiakli usul.

1. *Vismutni cho'ktirish va topishda* 3-eritmaga ammiakning suvli eritmasi qo'shiladi. Bunda vismut va eritmada bo'lishi mumkin bo'lgan qo'rg'oshinning gidroksidlari — $\text{Bi}(\text{OH})_3$, $\text{Pb}(\text{OH})_2$ cho'kadi (4-cho'kma). Eritmada mis va kadmiyning ammiakat komplekslari — $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ qoladi (4-eritma). Vismutni topish uchun 4-cho'kma yuviladi va nitrat kislotada eritiladi. Eritmaning bir qismiga natriy stannit ta'sir ettirib, vismut topiladi. Agar qo'rg'oshin ionini topish ham talab etilsa, nitrat kislotada eritishdan olingan eritmaning bir qismiga sulfat yoki xromat ta'sir ettirish orqali qo'rg'oshin sulfat yoki xromat cho'kmasi hosil qilinadi.

2. *Cu²⁺ ionni topish va ajratishda* tekshiriladigan 4-eritmaga vismutni cho'ktirish vaqtida qo'shilgan ammiak ta'siridan hosil bo'lgan ko'k rangdan foydalanish mumkin. Shu eritmada mis (II) ionining borligini tasdiqlash uchun tekshiriladigan eritmaning 2-3 tomchisiga sirka kislotada eritmasi qo'shib, kompleks ionni parchalanadi va so'ngra unga $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ eritmasi tomiziladi. Mis ionni ishtirokida qizil rangli $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ cho'kma (5-cho'kma)

tushadi. Tekshiriladigan eritmada Cu^{2+} ioni borligi aniqlangan bo'lsa, uni ajratish talab etiladi. Bunda 4-eritmaga 6 N HCl eritmasi qo'shib, muhit kislotali qilinadi. Kislotada muhitli eritma qariyb quriguncha bug'latiladi. Qoldiqqa 8-10 tomchi konsentrlangan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ eritmasi qo'shib qaynatilganda qora cho'kma - $\text{Cu}_2\text{S} + \text{S}$ tushadi. Cu^{2+} ionni ajratish uchun Cu^{2+} ionini temir va sulfat kislotada ta'siridan mis metaligacha qaytarishdan ham foydalanish mumkin. Bunda ko'k rangli 4-eritmaga 2 N H_2SO_4 eritmasi qo'shib, aralashmaga temir parchasi tashlanadi va aralashma rangsizlanguncha qaynatiladi ($\text{Fe} + \text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + \text{Cu}$).

3. *Cd^{2+} ionini topishda* mis ajratilgandan keyin qolgan eritmada H_2S o'tkaziladi, bunda yorqin sariq rangli cho'kmaning tushishi kadmiyning borligidan dalolat beradi. Kadmiy mis ishtirokida ham topish mumkin. Buning uchun Cu^{2+} ionini komplekslab niqoblash (KCN ta'siridan $[\text{Cu}(\text{CN})_4]^{2-}$ ning hosil bo'lishi) va cho'ktirish (natriy tiosulfat ta'siridan $\text{Cu}_2\text{S} + \text{S}$ yoki kaliy yodid ta'siridan $\text{CuJ} + \text{J}_2$ hosil qilish) reaksiyalaridan foydalanish lozim.

Tiosulfatli usul

Eritmada bo'lishi mumkin bo'lgan qo'rg'oshin ionini ajratish talab etiladi. Bunda 3-eritmaga bir necha tomchi 2 N H_2SO_4 qo'shiladi va eritmada sulfat kislotada parchalana boshlaguniga qadar u chinni kosachada mo'rili shkaf ostida bug'latiladi. Bug'latish tugagandan so'ng aralashmani sovitib, unga 0,5 ml chamasi suv qo'shilsa, qo'rg'oshin ishtirok etgan holda oq rangli PbSO_4 cho'kmasi tushadi. Cho'kma (4a-cho'kma) tushsa, uni sentrifugalab, ajratib, tashlab yuboriladi, shunda eritmada vismut, kadmiy va mis (4a-eritma) ionlari topiladi.

1. *Vismut va mis ionlarini cho'ktirish* uchun 4a-eritmaga $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ eritmasidan qo'shib qaynating. Bunda cho'kmaga Bi_2S_3 va $\text{Cu}_2\text{S} + \text{S}$ (5a-cho'kma) tushadi, eritmada esa kadmiy ioni (5a-eritma) qoladi.

2. *Bi_2S_3 , $\text{Cu}_2\text{S} + \text{S}$ cho'kmani eritish va S ni ajratishda* unga nitrat kislotada qo'shiladi. Bunda Bi_2S_3 va Cu_2S cho'kmalar eriydi, S erimay qoladi. Uni ajratgandan keyin eritmada vismut va mis ionlari (6a-eritma) topiladi.

3. *Vismutni topishda* 6a-eritmaga mo'l ammiak qo'shiladi, agar eritmada vismut bo'lsa, oq rangli $\text{Bi}(\text{OH})_3$ cho'kma (6a-cho'kma) hosil bo'ladi. Bunda eritmaga mis ioni ammiakat kompleksi shaklida eritmaga (7a-eritma) o'tadi. Vismutning ishtirokini 6a-cho'kmani nitrat kislotada eritib, tegishli reaksiyalari (2.7-band) yordamida tekshirib ko'rish mumkin.

4. *Mis ionini topish* uchun yuqoridagi tartibda tekshirish o'tkaziladi.

5. *Kadmiy ionini topish* ham tekshirish yuqoridagi tartibda o'tkaziladi.

3. *Mishyak gruppachasi kationlari analizi.* Mishyak gruppachasi kationlarini analiz qilish uchun tiotuzlar parchalanadi.

1. *Tiotuzlarni parchalashda* 2-eritma suyultirilgan xlorid kislota eritmasi bilan ishlanadi. Buning uchun kislota tekshiriladigan 2-eritmaga tomchilab qo'shib, yaqqol kislotali muhit hosil qilinadi, natijada polisulfidlarning rangli cho'kmalari hosil bo'ladi. Cho'kmada As_2S_3 , Sb_2S_3 va SnS_2 (6-cho'kma) bo'lishi mumkin. Eritma (6-eritma) tashlab yuboriladi. Surma va qalayning polisulfidlari ortiqcha xlorid kislota eriganligi uchun uning mo'l miqdoridan saqlab qo'yiladi. Tiotuzlarni parchalash uchun xlorid kislota o'rniga surma va qalay polisulfidlarini eritmaydigan sirka kislota olish mumkin. Kislotali muhit hosil bo'lgandan so'ng kislota qo'shishni to'xtatish kerak. 6-cho'kma yuvilgandan keyin undan mishyak, surma va qalay ionlari topiladi. Bunda turli usullardan foydalanish mumkin.

Kislotali usul polisulfidlarning xlorid kislota bo'lgan turlicha munosabatiga asoslangan.

1. *Polisulfidlar cho'kmasini qisman eritishda* 6-cho'kmaga konsentrlangan xlorid kislota qo'shib qizdiriladi. Bunda mishyak sulfidi erimasdan cho'kmada (7-cho'kma) qoladi. Surma va qalay sulfidlari esa eritmaga (7-eritma) o'tadi. Cho'kmani sentrifugalab ajratgandan so'ng, undan mishyak, eritmadan esa surma va qalay ionlari topiladi.

2. *Mishyakni topishda* 7-cho'kma suyultirilgan HCl eritmasi bilan yuvilgandan so'ng, 8-10 tomchi konsentrlangan nitrat kislota yoki ammiakning vodorod peroksidli aralashmasida eritiladi. Eritma undagi oltingugurtdan sentrifugalab ajratiladi. Sentrifugatning bir qismiga ammoniy molibdatning nitrat kislotali eritmasini qo'shib qaynaguncha qizdirganda mishyak ishtirokida sariq cho'kma tushadi. Mishyakni topishda $MgCl_2 + NH_3 + NH_4Cl$ li aralashmadan foydalanish mumkin. Buning uchun shisha plastinkaga 1-2 tomchi sentrifugat va 1-2 tomchi konsentrlangan ammiak (ishqoriy muhit) va bir tomchi $MgCl_2 + NH_3 + NH_4Cl$ aralashma eritmasi tomiziladi. Hosil bo'lgan kristallarni mikroskop ostida kuzatish mumkin.

3. *Surma va qalay ionlarini topishda* 7-eritmani qaynatib vodorod sulfid chiqarib yuboriladi. Vodorod sulfid chiqarib yuborilgach, qolgan eritmaning bir qismidan surmani, ikkinchi qismidan qalayni

topish mumkin. Surma ionini topishda xlorid kislotali tekshiriladigan eritmadan bir tomchisini qalay folgasiga tomizib, agar surma bo'lsa, qora dog' paydo bo'lishini ko'rish mumkin. Shuningdek, surma ionini topishda 5-6 tomchi xlorid kislotali tekshiriladigan eritmaga $\text{pH}=8$ bo'lganiga qadar bir necha tomchi NaOH eritmasi tomizib, qaynaguncha qizdiring. Eritma sovigandan so'ng unga NaCl kristali kiritilsa, natriy antimonatga xos kristallar hosil bo'ladi.

Qalay ionini topishda 2-3 tomchi sentrifugatga 1-2 tomchi HgCl_2 , yoki $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ eritmasi tomizilsa, qalay ishtirokida kulrang - Hg_2Cl_2 , yoki $\text{Hg}_2\text{Cl}_2 + \text{Hg}$ cho'kma hosil bo'ladi.

Ammiakli-karbonatli usul polisulfidlarning ammoniy karbonatga bo'lgan turlicha munosabatiga asoslangan.

1. Polisulfidlar cho'kmasini qisman eritish uchun yuvilgan 6-cho'kma ammiakning bir necha tomchisi qo'shilgan 10 tomchi ammoniy karbonat eritmasi bilan ishlanadi. Bunda mishyak tio va oksituzlari eritmaga (7a-eritma) o'tib, surma va qalay ionlari sulfidlari cho'kmada (7a-cho'kma) qoladi.

2. *Mishyakni topishda* 7a-eritmaga 10 tomchi konsentrlangan nitrat kislota tomiziladi va eritma quriguncha bug'latiladi. Qoldiqqa yana kislota qo'shib, yana bug'latiladi. So'ngra quruq qoldiq ammiakda eritilib, ajralgan oltingugurt filtrlab tozalanadi. Filtratdan mishyak ioni yuqoridagi reaksiyalardan biri yordamida topiladi.

3. *Surma va qalay ionlarini topishda* 7a-cho'kma ammiakning suyultirilgan eritmasida yuviladi va 10-12 tomchi konsentrlangan xlorid kislotada eritiladi. Yuqoridagi reaksiyalar yordamida eritmaning bir qismidan surma, ikkinchi qismidan qalay topiladi.

To'rtinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analiz sxemasi 4.1-jadvalda keltirilgan.

4.1-jadval

To'rtinchi analitik grupp kationlari aralashmasining
analizi sxemasi

Amalda	Reagent	Mahsulotlar	
Sulfidlarni cho'ktirish	HCl+H ₂ S	CuS, CdS, HgS, Bi ₂ S ₃ , SnS, SnS ₂ , As ₂ S ₃ , As ₂ S ₅ , Sb ₂ S ₃ , Sb ₂ S ₅	
Mis gruppachasi sulfidlarini ajratish	(NH ₄) ₂ S+(NH ₄) ₂ S ₂	1-cho'kma CuS, CdS, HgS, Bi ₂ S ₃	1-eritma SnS ₂ ⁺ , As ₂ S ₄ ⁺ , SbS ₄ ⁺
1-eritma tiotuzlarini parchalash	HCl, suyult.		SnS ₂ , As ₂ S ₄ , Sb ₂ S ₄

Mishyakni ajratish	HCl, kons.	Sb ³⁺ , Sn ⁴⁺	As ₂ S ₃ +S
As ₂ S ₃ ni eritish va mishyakni topish	HNO ₃	AsO ₄ ³⁻ , tekshirish	
Summa va qalayni topish 1-cho'kmadagi HgS ni ajratish	Fe, t° HNO ₃ , 2 N	Sb↓, tekshirish HgS+S	Sn↓, tekshirish Cu ²⁺ , Cd ²⁺ , Bi ³⁺
Hg ²⁺ ni topish	HCl+H ₂ O ₂ KJ	[HgCl ₄] ²⁻ HgJ ₂ →HgJ ₄ ²⁻	
Bi(OH) ₃ ni ajratish	NH ₄ OH	Bi(OH) ₃ ↓	[Cu(NH ₃) ₄] ²⁺ [Cd(NH ₃) ₄] ²⁺
Bi(OH) ₃ ni eritish va Bi ³⁺ ni topish	HNO ₃ Na ₂ SnO ₃	Bi↓	
Cu ²⁺ ni topish	K ₄ [Fe(CN) ₆]		Cu ₄ [Fe(CN) ₆]
Cd ²⁺ ni topish	H ₂ SO ₄ +Na ₂ S ₂ O ₃	CdS	

4.13. Beshinchi gruppa kationlarining reaksiyalari

Beshinchi analitik gruppa kationlari qatoriga kumush, simob (I), qo'rg'oshin (II), mis (I), oltin (I) va talliy (I) ionlari kiradi. Ular gruppa reagenti – xlorid kislota ta'siridan xloridlar hosil qilib cho'kadi. V gruppa kationlarining xromat, dixromat, manganat, permanganat va geksanitritokobaltatlari rangli birikmalardir. Kumush ionining rangli birikmalaridan kumush arsenat (qo'ng'ir), arsenit, bromid, yodid, ftorid, fosfat, karbonat va geksatsianoferrat (III) (sariq), xromat, dixromat, nitroprussid (qizil), oksid, sulfid (qo'ng'ir) analitik ahamiyatga ega. Simob (I) ionining bromid, ftorid, karbonat (sariq) va yodidlari (yashil) muhimdir. Qo'rg'oshinning rangli birikmalari orasida yodid (oltinsimon sariq), sulfid (qora-qo'ng'ir), xromat (sariq) va dixromatlari (qizil) ahamiyatli.

Bu ionlar oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarida oksidlovchilik xossalari namoyon qilib, kumush ioni kumush, simob (I) ioni simob metallarigacha qaytariladi. Simob (I), qo'rg'oshin (II), mis (I), talliy (I) va oltin (I) ionlari yuqori valentli birikmalarigacha oksidlanadi.

4.14. Gruppa reagentining ta'siri

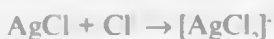
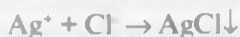
Beshinchi gruppa kationlarini boshqa gruppalar kationlaridan ajratishda ularning gruppa reagenti – xlorid kislota yoki eruvchan xloridlar bilan bo'ladigan reaksiyalaridan foydalaniladi. Bunda tegishli kationlarning xloridlari hosil bo'lib cho'kadi.

Kumush ioni hosil qiladigan oq rangli kolloid birikma yorug'lik ta'siridan sekin-asta oldin binafsha, keyin qora rangga bo'yala boshlaydi (parchalanish). Uning bu xossasidan oq-qora rasm olishda foydalaniladi. Kumush xlorid kuchli kislotaning tuzi bo'lganligi uchun nitrat va sulfat kislotalarning suyultirilgan eritmalarida erimaydi, shunga qaramay, ammiak va ammoniy tuzlarida kompleks hosil qilib eriydi. Ammiakat kompleksining hosil bo'lishi kumush xloridni simob (I) xloriddan ajratishda ishlatiladi, chunki bu sharoitda Hg_2Cl_2 ammiak ta'siridan qiyin eriydigan oq rangli $[\text{NH}_2\text{Hg}_2]\text{Cl}$ kompleks birikma hosil bo'ladi. Bu kompleks birikma beqaror bo'lganligi uchun parchalanib, qora rangli $(\text{NH}_2\text{HgCl} + \text{Hg})$ cho'kma hosil qiladi:



Kumushning hosil bo'lgan ammiakat kompleksi kislotalar ta'siridan parchalanadi. Bu maqsadda nitrat kislotanigina ishlatish, xlorid va sulfat kislotalarni qo'llamagan ma'qul, chunki ular tarkibidagi xlorid va sulfat ionlar kumush ioni bilan oq rangli cho'kmalar hosil qiladi. Kompleks ionning parchalanishi natijasida hosil bo'lgan kumush va eritmadagi xlorid ionlari o'zaro ta'sirlashib, kumush xlorid cho'kmasining tushishiga olib keladi.

Kumush ioni ortiqcha xlorid ioni ta'siridan qisman dixloroargentat kompleksini hosil qilib erib ketishi ham mumkin:



Hg_2Cl_2 cho'kmasi ortiqcha xlorid ioni ta'siridan kompleks hosil qilib erishi mumkin. Shuning uchun beshinchi grupp kationlarining xloridlarini cho'ktirishda ortiqcha HCl qo'shishdan saqlanish darkor.

4.15. Kumush kationining reaksiyalari

Kumush ioni suvli eritmalarda rangsiz, uning nitrati, floridi, perxlorati suvda yaxshi eriydi.

1. O'yuvchi ishqorlar - NaOH va KOH eritmalaridan bir necha tomchisi 2-3 tomchi AgNO_3 eritmasiga tomizilsa, qo'ng'ir rangli Ag_2O cho'kmasi hosil bo'ladi:

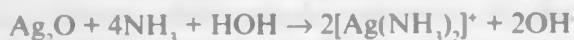


Cho'kma HNO_3 va ortiqcha NH_4OH da ham eriydi:



Cho'kmani ammiakda eritish vaqtida eritmaga albatta ammoniy tuzlaridan biri qo'shilishi kerak, aks holda oson portlaydigan kumush azid Ag_3N hosil bo'lishi mumkin.

2. Ammiak eritmasi kam miqdorda qo'shilganda kumush ioni bilan oldin qo'ng'ir rangli Ag_2O cho'kma hosil qiladi. Keyin bu cho'kma mo'l ammiakda kompleks hosil qilib erib ketadi:



3. Natriy yoki kaliy karbonat ta'siridan kumush ioni kumush karbonat cho'kmasini hosil qiladi:



4. Xlorid kislotaning 3–4 tomchi eritmasi 3–4 tomchi AgNO_3 eritmasiga qo'shilsa, oq rangli AgCl cho'kmasi hosil bo'ladi:



AgCl cho'kmasining suyultirilgan kislotalarda erimasligini biz yuqorida ko'rsatib o'tgan edik. Cho'kmaga 5–6 tomchi NH_3 eritmasi qo'shilganda, cho'kma kompleks hosil qilib erib ketadi. Olingan eritmaga HNO_3 ta'sir ettirilganda kompleks parchalanib, yana AgCl cho'kmasi hosil bo'ladi:



5. Vodorod sulfidning 3–5 tomchi eritmasi 2–3 tomchi AgNO_3 eritmasiga aralashtirilganda, qora rangli Ag_2S cho'kma tushadi:



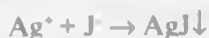
Cho'kma HCl va H_2SO_4 da erimaydi, 2 N HNO_3 da esa eriydi.

6. Kaliy xromat 2–3 tomchi AgNO_3 eritmasiga shuncha miqdorda tomizilsa, qizil rangli Ag_2CrO_4 cho'kma hosil bo'ladi:



Cho'kma CH_3COOH da erimaydi, NH_4OH va HNO_3 da eriydi.

7. Kaliy yodidning 3–4 tomchi eritmasi 2–3 tomchi AgNO_3 eritmasiga qo'shilca, sarg'ish cho'kma hosil bo'ladi:

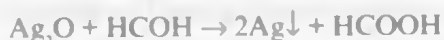


Cho'kma NH_4OH da erimaydi, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ da yaxshi eriydi.

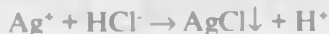
Xuddi shunday reaksiya bromidlar ta'sirida ham kuzatiladi.

8. Kumush ionini metalgacha qaytarishda turli qaytaruvchilardan foydalaniladi.

1. Formaldegid yoki boshqa aldegid ta'sirida qaytarish uchun xromli aralashma yordamida yog'lardan tozalangan probirkaga 4–5 tomchi kumush tuzi eritmasi solinib, unga 10–12 tomchi suv qo'shib suyultiriladi. So'ngra eritmaga 8–10 tomchi 2 N ammiak eritmasi va 5–7 tomchi formalin eritmasi qo'shiladi. Issiq suv hammomiga tushirganda probirkaning ichki devorida kumush ko'zgu hosil bo'lishini ko'ramiz:



2. Mn^{2+} ion yordamida qaytarishda qog'ozning parchasiga bir tomchi HCl eritmasi va uning ustiga bir tomchi kumush nitrat eritmasi tomiziladi. So'ngra hosil bo'lgan kumush xlorid cho'kmasi astoydil yuviladi. Buning uchun suvga to'ldirilgan kapillar dog'ning o'rtasida shuncha vaqt tutib turiladiki, natijada dog'ning o'lchami 2–3 marta ortsin. Shundan keyin yuvilgan cho'kma ustiga Mn^{2+} eritmasi va bir tomchi konsentrlangan NaOH eritmasi tomiziladi. Kumush ionining metalgacha qaytarilishi natijasida dog' qorayadi:



4.16. Simob (I) kationining reaksiyalari

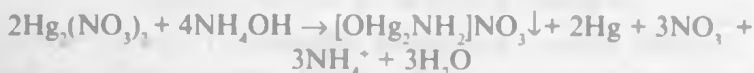
Simob (I) tuzlari suv bilan ta'sirlashib gidrolizlanadi, shundan uning eritmalarini tayyorlashda ularga tegishli kislotalar qo'shiladi.

Analitik kimyoda asosan $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ ishlatiladi, uning eritmasiga 1:1 HNO_3 eritmasi qo'shiladi.

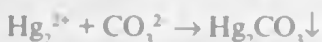
1. O'yuvchi ishqorlar — NaOH va KOH eritmalaridan bir necha tomchisi 2-3 tomchi $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ eritmasiga tomizilsa, qora rangli Hg_2O cho'kma hosil bo'ladi:



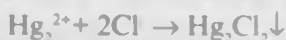
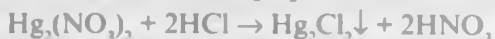
2. Ammiak eritmasi simob (I) ion bilan qora rangli cho'kma hosil qiladi:



3. Natriy yoki kaliy karbonat ta'siridan simob (I) ion karbonat cho'kma hosil qiladi. Simob (I) karbonat tezda parchalanadi:



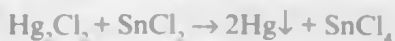
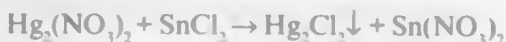
4. Xlorid kislotaning 3-4 tomchi eritmasi 3-4 tomchi $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ eritmasiga qo'shilsa, oq rangli Hg_2Cl_2 cho'kma hosil bo'ladi:



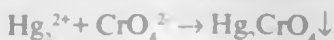
5. Vodorod sulfidning 3-5 tomchi eritmasi 2-3 tomchi $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ eritmasiga aralashtirilganda, qora rangli Hg_2S cho'kma tushadi:



6. Qalay (II) xlorid $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ tuzining 2 tomchi eritmasiga 2-3 tomchi qo'shilsa, Hg_2^{2+} ion qora cho'kma Hg_2Cl_2 yoki qora cho'kma tarzida Hg metali hosil qilib cho'kadi:



7. Kaliy xromat eritmasidan Hg_2^{2+} tuzining issiq eritmasiga bir necha tomchi tomizilganda, qizil rangli Hg_2CrO_4 cho'kma hosil bo'ladi:



Cho'kma HNO_3 ta'sirida eriydi.

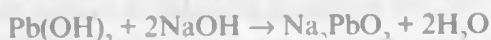
4.17. Qo'rg'oshin kationining reaksiyalari

Qo'rg'oshinning nitrat, atsetat, xlorat va perxloratlari suvda eruvchan bo'lib, ular suvli eritmalarda rangsiz.

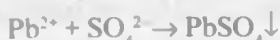
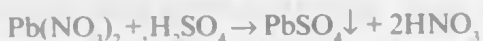
1. O'yuvchi ishqorlar va ammiak eritmasi ta'siridan qo'rg'oshin (II) ioni kuchli kislotalar va mo'l ishqorda eriydigan oq rangli cho'kma hosil qiladi:



$\text{Pb}(\text{OH})_2$ cho'kma amfoter. Ishqorlarda eriganda plyumbitlar hosil bo'ladi:



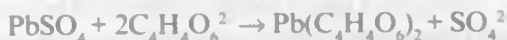
2. Sulfat kislota va eruvchan sulfatlar 2-3 tomchi $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ eritmasiga 4-5 tomchi tomizilsa, PbSO_4 ning oq cho'kmasi hosil bo'ladi:



Olingan cho'kmaga ozroq NaOH eritmasi quyilib, aralashma qizdirilsa, cho'kma erib plyumbitlar hosil bo'ladi:



Qo'rg'oshin sulfat, shuningdek, 30 % li ammoniy atsetat yoki ammoniy tartrat bilan qizdirilganda ham eriydi:



PbSO_4 cho'kmasi xlorid va nitrat kislotalarda ham HSO_4^- ionining hosil bo'lishi tufayli qisman eriydi:



Bundan shunday xulosa kelib chiqadiki, PbSO_4 ni to'la cho'ktirish uchun eritmadagi kislotalar yo'qotilishi kerak. BaSO_4 ning eruvchanligiga esa eritmadagi kislotalar sezilarli ta'sir ko'rsatmaydi, chunki uning eruvchanlik ko'paytmasi ($K^\circ = 1,1 \cdot 10^{-10}$) PbSO_4 ning eruvchanlik ko'paytmasidan ($K^\circ = 1,6 \cdot 10^{-8}$) 145 marta kichikdir.

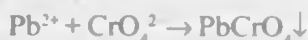
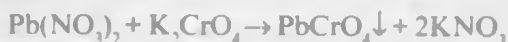
3. Kaliy yodid eritmasi $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ning 3-4 tomchi eritmasiga 4-5 tomchi qo'shilca, PbJ_2 ning sariq cho'kmasi hosil bo'ladi:



Probirkadagi hosil bo'lgan cho'kma ustidagi eritmaga 8-10 tomchi distillangan suv va sirka kislota quyib qizdirilsa, cho'kma erib ketadi. Probirka sovuq suvga tushirilsa, yaltiroq oltinsimon-sariq kristallar cho'kadi. Cho'kmaga bir necha tomchi KJ tomizilsa, uning erishi kuzatiladi:

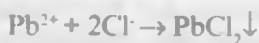
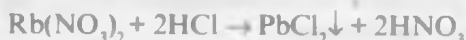


4. Kaliy xromat – K_2CrO_4 Pb^{2+} ioni bilan sariq rangli PbCrO_4 cho'kma hosil qiladi:



Cho'kma ishqorlar va HNO_3 da eriydi, CH_3COOH da esa erimaydi.

5. Xlorid kislota eritmasidan 4-5 tomchisi $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ning 3-4 tomchi eritmasiga qo'shilsa, oq rangli PbCl_2 cho'kma tushadi:



Cho'kma qaynoq distillangan suvda eriydi, eritma sovutilganda esa yana cho'kadi.

6. Natriy gidrofosfat qo'rg'oshin ioni bilan oq rangli cho'kma hosil qiladi:



$\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ ishqorlarda yaxshi, nitrat (suyultirilgan) va sirka kislotalarda kam eriydi. Qo'rg'oshin fosfatning kislotalarda kam erishidan fosfatlarni I-III gruppalar kationlaridan ajratishda foydalaniladi.

4.18. Beshinchi grupp kationlari aralashmasining analizi

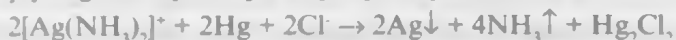
V grupp kationlari aralashmasining sistematik analizi quyidagi tartibda bajariladi:

1. V grupp kationlari aralashmasini cho'ktirishda tekshiriladigan aralashma ammiak yordamida neytrallanadi. Neytral eritmaga

konsentratsiyasi 1,2 N bo'lgan HCl eritmasidan teng hajmda qo'shiladi. Bunda eritmaning konsentratsiyasi ikki marta kamayib, 0,6 N bo'ladi. Cho'kmali probirka sovuq suv ostiga qo'yib sovitiladi. Hosil bo'lgan cho'kmaning to'laligi tekshiriladi. Cho'kma sentrifugalab, ajratiladi. Cho'kmada AgCl , Hg_2Cl_2 va PbCl_2 (1-cho'kma) bo'ladi, eritmada analizga kerak bo'lmagan ionlar va qisman qo'rg'oshin ionlari (1-eritma) bo'ladi.

2. Pb^{2+} ionini ajratish va topish. 1-cho'kmani 10-15 tomchi tarkibida bir necha tomchi HCl eritmasi bo'lgan distillangan sovuq suv bilan yuving. So'ngra unga 2-3 marta taxminan 0,5 ml qaynoq suv qo'shing. Bunda PbCl_2 eriydi. Eritmani sentrifugada cho'kmadan ajratib. Cho'kmada AgCl va Hg_2Cl_2 (2-cho'kma), PbCl_2 (2-eritma) bo'ladi. Issiq 2-eritma soviganda ninasimon kristallar hosil bo'lsa, bu tekshiriladigan eritmada Pb^{2+} borligidan dalolat beradi. Pb^{2+} borligini tekshirib ko'rish uchun 2-eritmaga biroz sulfat kislota qo'shing. Agar aralashmada Pb^{2+} ionlari bo'lsa, oq cho'kma tushadi. Pb^{2+} ionlari borligini 2-eritmaga K_2CrO_4 qo'shib tekshirish ham mumkin. Pb^{2+} ionlari bo'lsa, sariq cho'kma hosil bo'ladi. Agar aralashmada Pb^{2+} ionlari borligi aniqlangan bo'lsa, 1-cho'kmaga suv qo'shib suyultirilgan aralashma qaynaguncha qizdiriladi va cho'kmadagi PbCl_2 to'liq erimaguncha qaynoq suv bilan yuvilaveradi.

3. Kumush ionini ajratish va Ag^+ , Hg_2^{2+} ionlarini topish. 2-cho'kmaga 25% li NH_4OH eritmasidan qo'shib, aralashtiring. Bunda AgCl cho'kmasi $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ kompleks ionni hosil qilib eriydi (3-eritma), Hg_2Cl_2 esa $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ + Hg tarkibli qora rangli cho'kma shaklida (3-cho'kma) qoladi. Aralashmadagi eritmani sentrifuga yordamida cho'kmadan ajratib, undan (3-eritma) kumush ionini topish uchun eritmaga nitrat kislota eritmasi qo'shiladi. Oqibatda kompleks ionlari parchalanib, oq cho'kma tushsa, bu tekshiriladigan eritmada Ag^+ borligini ko'rsatadi. Aralashmadagi Ag^+ ionining miqdori Hg_2^{2+} ionnikidan kam bo'lsa, Ag^+ ionni quyidagi reaksiya natijasida yo'qotib qo'yish ham mumkin:



Buning sababi shundan iboratki, cho'kmaga ammiak qo'shilganda cho'kmadagi Hg_2Cl_2 qorayib, Hg hosil bo'ladi:



Bunda cho'kmaning NH_4OH ta'siridan tez qorayishi Hg_2^{2+} ionlari borligini ko'rsatadi.

Beshinchi analitik gruppada kationlari aralashmasi analizining sxemasi 4.2-jadvalda keltirilgan.

Beshinchi analitik grupp kationlari aralashmasi analizi

Amal	Reagent	Ionlar	
Xloridlarni cho'ktirish	HCl	AgCl, Hg ₂ Cl ₂ , PbCl ₂	
Pb ²⁺ ni ajratish va topish	Qaynoq suv; K ₂ CrO ₄	Pb ²⁺ + Cl ⁻ ; PbCrO ₄ , sariq cho'kma	AgCl, Hg ₂ Cl ₂
Ag ⁺ ni ajratish	NH ₃	[Ag(NH ₃) ₂] ⁺	ClHgNH ₂ + Hg
Ag ⁺ ni topish	HNO ₃	AgCl↓, oq cho'kma	
Hg ₂ ²⁺ ni topish	Br ₂ , suv; KJ		Hg ₂ ²⁺ ; HgJ ₂ → HgJ ₄ ²⁻

V BOB

5. I-V GRUPPA KATIONLARI ARALASHMASINING ANALIZI

I-V grupp kationlari aralashmasini analiz qilish dastlabki sinashlardan boshlanadi. Dastlabki sinashlar tugagach, uning natijalariga tayangan holda sistematik analizning borish rejasi tuziladi va u astoydil bajariladi. Analiz natijalariga doir yakuniy xulosa, analizning barcha bosqichlari bajarilgandan so'ng qilinadi.

Analiz qilishda qattiq modda berilgan bo'lsa, u eng avvalo, eritma holiga keltirilishi kerak. Eritmaning 1/3 qismi sistematik analizga ishlatilib, uning 2/3 qismi olingan natijalarni qayta tekshirib ko'rish uchun qoldiriladi. Taxminiy sinashlarga esa tekshiriladigan eritmaning bir necha tomchisi yetarlidir.

Inson organizmiga zararli ta'sir ko'rsatadigan gazlar va bug'lar chiqishi bilan bog'liq barcha tajribalar mo'rili shkafta bajarilishi talab etiladi. Ishni boshlashdan oldin mo'rili shkaftni ishlatib qo'ying.

Taxminiy sinashlar. Moddani analiz qilishni boshlashdan oldin uning tashqi ko'rinishi, agregat holati, rangi hidi, kristall panjarasining tuzilishi, suvga, kislotalar va ishqorlarga, qizdirish, kuydirish, Na_2CO_3 yoki $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ bilan yaxlitlashga, alangaga munosabati, bura marvaridlarining hosil bo'lishi singari amallar natijalari laboratoriya jurnalida aniq qayd qilinishi kerak.

1. Eritmaning rangi. Eritmaning rangi undagi rangli tarkibiy qismlarning borligidan dalolat beradi, buni qo'llashda ionlarning rangli eritmalarini esga olish kerak bo'ladi.

2. Eritmaning pH qiymati undagi moddalarning tarkibi haqida ma'lumot berishi mumkin. Gidrolizlanganda kislotali muhit hosil qiladigan moddalar ishtirokida eritmaning muhiti kislotali, ishqoriy muhit hosil qilib gidrolizlanadigan moddalarning eritmaları esa ishqoriy muhitga ega bo'ladi. Kuchsiz kislota va kuchsiz asoslardan hosil bo'lgan tuzlar eritmalarining muhiti neytral yoki neytralga yaqin (tarkibiy qismning kislota-asos konstantasiga mos ravishda) bo'ladi.

3. Eritma ostida cho'kmaning mavjudligi va rangi. Tekshiriladigan modda qattiq, suyuq yoki gaz holida, bir yoki ko'p jinsli bo'lishi mumkin. Agar tekshiriladigan obyekt suyuq bo'lsa, u bir modda yoki bir necha moddalar aralashmasi eritmasidan iborat bo'lishi mumkin. Tekshiriladigan obyekt suyuq eritma va uning ostiga cho'kkan cho'kmadan iborat bo'lishi ham mumkin. Agar obyekt

tarkibida cho'kma bo'lsa, uning rangiga e'tibor bergan holda tegishli xulosalar qilinadi. Buning uchun rangli cho'kmalarni eslashga (3.1; 3.2; 4.1; 4.2 va 4.3-jadvallar) to'g'ri keladi.

4. Tekshiriladigan moddaning (agar cho'kma bo'lsa, cho'kmaning) eruvchanligi. Tekshiriladigan modda yoki cho'kmaning turli erituvchilarga munosabati o'rganiladi. Eng avvalo, tekshiriladigan moddaning suvda, so'ngra, kuchsiz, suyultirilgan mineral kislotalar, ishqorlar, ammiak, organik erituvchilar va boshqalarda eruvchanligi tekshiriladi.

5. Ammoniy, kaliy, natriy va boshqa analiz vaqtida qo'shilishi mumkin bo'lgan ionlar tegishli reaksiyalar yordamida topiladi.

1. NH_4^+ **ioni** ishqorlar yoki Nessler reaktivi (5) yordamida topiladi.

2. Fe^{2+} **ioni** $K_4[Fe(CN)_6]$ (5) va Fe^{3+} **ioni** $K_4[Fe(CN)_6]$ (7) dan foydalanib topiladi.

3. SO_4^{2-} **anioning borligini topishda** tekshiriladigan eritmaning 2-3 tomchisiga 3-4 tomchi $BaCl_2$ eritmasi ta'sir ettirib ko'riladi. Sulfat ioni bilan kislotalarda erimaydigan sulfatlarni Ba^{2+} va Pb^{2+} kationlar hosil qilganligi uchun ularning qaysi biri borligi yuqorida keltirilgan reaksiyalardan foydalanib topiladi.

Tekshiriladigan eritmada sulfat ioni bo'lsa, uni to'liq cho'ktirib, ajratish kerak bo'ladi.

2. I-V gruppalar kationlari aralashmasining sistematik analizi. Taxminiy sinash amallari tugagandan so'ng tekshiriladigan moddaning sistematik analizi boshlanadi. Sistematik analiz davomida grupp reagentlari yordamida V, keyin IV, III, II va I gruppalar kationlari ketma-ket ajratiladi. Olingan barcha cho'kma va eritmalar alohida olib qo'yiladi. Analiz uchun olib qo'yilgan har bir cho'kma va eritma gruppalar doirasida yana sistematik analiz qilinadi. Gruppalar sistematik analizi davomida ajratilgan har bir ion xususiy va o'ziga xos reaksiyalari yordamida topiladi. Quyida biz ko'p tarqalgan I-V gruppalar kationlari aralashmasining sistematik analiz sxemalaridan birini keltiramiz:

1. V grupp kationlari (Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+}) xloridlarini cho'ktirish va ajratishda tekshiriladigan eritma ammiak ta'siridan neytrallangandan so'ng unga sovuq sharoitda (probirkani vodoprovod jo'mragidan oqib tushayotgan suvda ushlab turgan holda) 1,2 N HCl eritmasi tomchilab teng hajmgacha qo'shiladi. Natijada V grupp kationlarining xloridlari cho'kmaga tushib, eritmada IV, III, II va I gruppalar kationlari va qisman Pb^{2+} hamda HCl bo'ladi

(1-eritma). Cho'kma eritmadan sentrifugalab ajratiladi va bir necha marta tarkibida 1-2 tomchi HCl eritmasi bo'lgan distillangan suv bilan yuviladi. Yuvindi suvlar tashlab yuboriladi.

Hosil bo'lgan cho'kma tarkibida AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 (1-cho'kma) bo'ladi. Bulardan tashqari PbSO_4 , BiOCl , SbOCl , BaSO_4 , CaSO_4 va SrSO_4 cho'kmalar ham bo'lishi mumkin. 1-cho'kma tarkibida PbSO_4 , BiOCl , SbOCl , BaSO_4 , CaSO_4 va SrSO_4 cho'kmalar ham bo'lganda analiz quyidagi 2.10 – 2.14. bo'yicha bajariladi.

V grupp kationlarining xloridlari 4.4 sxema bo'yicha analiz qilinadi.

2. IV analitik grupp kationlarining sulfid va polisulfidlarini cho'ktirish va ajratish. 1-eritma orqali 4.15 da ko'rsatilgan tartibda vodorod sulfid o'tkazilsa, cho'kmaga CuS , CdS , HgS , Bi_2S_3 , SnS , SnS_2 , Sb_2S_3 , As_2S_3 , As_2S_5 (2-cho'kma) tushib, eritmada III, II va I gruppalar kationlari, HCl va H_2S qoladi (2-eritma). Cho'kma eritmadan sentrifugalab ajratilib, yuvilgandan so'ng 4.15 da keltirilgan sxema asosida analiz qilinadi.

1-eslatma. HNO_3 , MnO_4^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ singari kuchli oksidlovchilar ta'siridan berilgan sharoitda erkin oltingugurt qaytarilishi mumkin, bu esa analizni murakkablashtirib, xato natijalarga olib kelishi mumkin.

Barcha kationlar aralashmasi analizini bir mashg'ulotda bajarish qiyin bo'lganligidan 2-eritma tarkibidagi vodorod sulfidni eritmadan yo'qotishga to'g'ri keladi. Aks holda S^{2-} ioni oksidlanib, SO_4^{2-} ga aylanishi va SO_4^{2-} ioni bariy, stronsiy va qisman kalsiyni sulfatlar shaklida cho'ktirishi mumkin. Sulfatlar cho'kmasi esa analizni ancha murakkablashtiradi. Agar 2-eritma shu mashg'ulotning o'zida tekshiriladigan bo'lsa, undan H_2S ni yo'qotishning hojati yo'q.

3. III analitik grupp kationlarining gidroksid va sulfidlarini cho'ktirish va ajratish. 2-eritma shu mashg'ulotning o'zida analiz qilinayotgan bo'lsa, uning 1-2 tomchisiga shuncha miqdor ammiak eritmasidan tomizing. Agar cho'kma hosil bo'lsa, 2-eritmada uchinchi grupp kationlari mavjud bo'ladi. Uchinchi grupp kationlari ishtirokida 2-eritmaning 2/3 qismiga yetarli miqdor ammiak ta'sir ettirib, III grupp kationlarining gidroksid va sulfidlarini to'liq cho'ktirib oling. Cho'ktirish uchun ammoniyli bufer bo'lgan ammoniy sulfid talab etilmaydi, chunki eritmada erigan vodorod sulfid bilan ammiak ta'siridan ammoniy sulfid, eritmada HCl bilan ammiak ta'siridan NH_4Cl hosil bo'ladi.

Agar 2-eritma keyingi mashg'ulotga qoldirilgan bo'lsa (undagi vodorod sulfidni eritmani qizdirib), chiqarib yuborgan edik. Bunday

holda uchinchi grupp kationlarini cho'ktirish uchun 2-eritmaga tarkibida ammoniyli bufer aralashma bo'lgan ammoniy sulfid qo'shiladi.

Natijada $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, ZnS , FeS , Fe_2S_3 , MnS , CoS , NiS cho'kmaga (3-cho'kma) tushadi, eritmada esa II va I gruppalar kationlari. $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_3 + (\text{NH}_4)_2\text{S}$ (3-eritma) qoladi. Sentrifugalab ajratilgan cho'kma 3.12 sxema asosida analiz qilinadi.

2-eslatma. III grupp kationlarining sulfidlarini cho'ktirishda ammoniy sulfiddan ko'p miqdorda qo'shib bo'lmaydi, chunki bunda NiSning zollari hosil bo'lish xavfi bor. Tekshiriladigan eritmada fosfatlar bo'lmasa, analiz soddalashadi. Shuning uchun uning borligini oldin tekshirib ko'rish tavsiya qilinadi.

4. II analitik grupp kationlari karbonatlarini cho'ktirish va ajratish. 3-eritmани chinni kosachaga solib, unga xlorid kislota eritmasi qo'shib, mo'rili shkafda qaynating. Shu yo'l bilan eritmadagi sulfid ioni vodorod sulfid shaklida eritmadan chiqarib yuboriladi. Aks holda sulfid ioni sulfat ionigacha oksidlanib, bariy, stronsiy va kalsiyni sulfatga bog'lab cho'ktirishi mumkin. Vodorod sulfidning to'liq chiqarib yuborilganligini qo'rg'oshin nitrat eritmasi bilan ho'llangan filtr qog'ozi yordamida tekshirib ko'rish mumkin. Sulfid ion ishtirokida qo'rg'oshin ioni qo'rg'oshin sulfidning qora dog'ini hosil qiladi. Sulfid ioni chiqarib yuborilgan 3-eritmaga ammoniy karbonat ta'sir ettirib, II grupp kationlarining karbonatlari cho'ktiriladi. Cho'kmada BaCO_3 , SrCO_3 va CaCO_3 (4-cho'kma) bo'ladi, eritmada I analitik grupp kationlari, $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_3 + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (4-eritma) qoladi.

4-cho'kma 2.14, 4-eritma esa 2.8-sxema bo'yicha analiz qilinadi.

I-V analitik gruppalar kationlarining sistematik analizi sxemasi (umumiy) 5.1-jadvalda keltirilgan.

5.1-jadval

Vodorod sulfidli usul yordamida barcha kationlar aralashmasini analiz qilishning umumiy sxemasi

Amal	Reagent	Ionlar	
V grupp kationlarini cho'ktirish	HCl	1-cho'kma AgCl , Hg_2Cl_2 , PbCl_2	1-eritma IV, III, II, I gruppalar
IV grupp kationlarini cho'ktirish	H_2S	2-cho'kma CuS , CdS , HgS , Bi_2S_3 , SnS , SnS_2 , As_2S_3 , As_2S_5 , Sb_2S_3 , Sb_2S_5	2-eritma III, II, I gruppalar

III grupp kationlarini cho'ktirish	$\text{NH}_4\text{OH} + (\text{NH}_4)_2\text{S}$	3-cho'kma $\text{Al}(\text{OH})_3, \text{Cr}(\text{OH})_3,$ $\text{ZnS}, \text{FeS}, \text{Fe}_2\text{S}_3,$ $\text{MnS}, \text{CoS}, \text{NiS}$	3-eritma II, I gruppalar
II grupp kationlarini cho'ktirish	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	4-cho'kma $\text{BaCO}_3, \text{SrCO}_3,$ CaCO_3	4-eritma I grupp

5.1. I-V grupp kationlari aralashmasi analizining ikkinchi ko'rinishi

Analiz 2.10-sxema bo'yicha 2.1-bandgacha bajariladi. 2.1-bandda hosil qilingan tarkibida AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 , PbSO_4 , BiOCl , SbOCl , BaSO_4 , CaSO_4 va SrSO_4 bo'lgan 1a-cho'kma quyidagicha analiz qilinadi.

1. *1a-cho'kmani qaynoq suv bilan yuvish* natijasida eritmaga PbCl_2 o'tadi. Eritmaga o'tgan Pb^{2+} 4.20-reaksiyalar asosida topiladi.

2. *Cho'kma qoldig'ining ammiakka munosabati.* PbCl_2 ajratilgandan keyin qolgan qoldiq va uning ustidagi eritma ajratilib, unga ammiak eritmasi qo'shilganda, agar eritmada Ag^+ ionlari bo'lsa, $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ hosil bo'ladi. Ag^+ kationi 2.1.5.2 banddagi reaksiyalar yordamida tekshiriladi. Cho'kma tarkibida $[\text{NH}_4\text{Hg}]\text{Cl} + \text{Hg}$, PbSO_4 , BiOCl , SbOCl , BaSO_4 , CaSO_4 , SrSO_4 lar (1b-cho'kma) bo'ladi.

3. *Simob va qo'rg'oshin ionlarini eritmaga o'tkazish* uchun 1b-cho'kma $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ eritmasi bilan ishlanadi va eritmadan Hg^{2+} 4.19 hamda Pb^{2+} 4.20-reaksiyalar yordamida aniqlanadi. Vismut, surma, bariy, stronsiy va kalsiy ionlari cho'kmada (1v-cho'kma) qoladi.

4. *Vismut va surmani eritmaga o'tkazish.* 1v-cho'kmaga HCl eritmasi qo'shib qizdirilsa, BiOCl va SbOCl cho'kmalar eriydi. Cho'kmada BaSO_4 , CaSO_4 , SrSO_4 lar (1g-cho'kma) qoladi, cho'kma ustidagi eritmadan Bi^{3+} 4.2. va Sb^{3+} 4.8-reaksiyalar asosida topiladi.

5. *Ikkinchi grupp kationlarining sulfatlarini eritmaga o'tkazish* uchun cho'kma konsentrlangan Na_2CO_3 eritmasi bilan qaynatiladi va analiz (2.14) qilinadi.

5.2. Kislota-ishqorli klassifikatsiya

Kationlarning kislota-ishqorli klassifikatsiyasi ionlarning HCl , H_2SO_4 , ishqorlar va ammiakka bo'lgan munosabatiga asoslangan.

Shunga ko'ra kationlar olti gruppaga bo'linadi. Kationlarning bu klassifikatsiyasi bo'yicha ionlarni gruppalariga bo'lish turli manbalarda turlichadir. Masalan, A.P.Kreshkov, K.N.Mochalov, Yu.Ya.Mixaylenko, A.N.Yarovenkolarning «Бессероводородные методы качественного полумикроанализа» (– М.: Высшая школа, 1971, 105-119-betlar) va V.I.Posipayko, N.A.Kozireva, Yu.P.Logachevalarning «Химические методы анализа» (– М.: Высшая школа, 1989, 266-274-betlar) va boshqa ayrim kitoblarda quyidagi bo'linish keltirilgan:

1. Birinchi analitik gruppа kationlariga xlorid kislota (gruppа reagenti) ta'siridan kam eriydigan xloridlar shaklida cho'kadigan Ag^+ , Hg_2^{2+} va Pb^{2+} ionlari kiradi. Bu gruppaga xlorid gruppasi ham deyiladi.

2. Ikkinchi analitik gruppа kationlariga sulfat kislota (gruppа reagenti) ta'siridan kam eruvchan sulfatlar hosil qilib cho'kadigan Ba^{2+} , Sr^{2+} va Ca^{2+} ionlari kiradi. Bu gruppа sulfat gruppasi deb ham ataladi.

3. Uchinchi analitik gruppа kationlariga amfoter xossalarga ega bo'lgan Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+} ionlari kiradi. Bu kationlarning gruppа reagenti o'yuvchi ishqorlar bo'lib, ishqor ta'siridan eruvchan anionlar - alyuminat, xromit, sinkat, stannit, stannat, arsenit va arsenat hosil bo'ladi. Bu gruppа amfolitlar gruppasi deb ham yuritiladi.

4. To'rtinchi analitik gruppа kationlariga Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} va Sb^{5+} ionlari kiradi. Bu kationlar ammiak (gruppа reagenti) ta'siridan gidroksidlar shaklida cho'kadi. Mazkur kationlar gidroksid gruppasi nomini olgan.

5. Beshinchi analitik gruppа kationlariga Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Hg^{2+} ionlari kiradi. Ular mo'l ammiak (gruppа reagenti) ta'siridan ammiakat komplekslari - $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$, $[Cd(NH_3)_4]^{2+}$, $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$, $[Co(NH_3)_6]^{2+}$, $[Hg(NH_3)_4]^{2+}$ hosil qilib eritmaga o'tadi.

6. Oltinchi analitik gruppа kationlariga K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Li^+ ionlari kiradi. Ularning ko'pchilik birikmalari suvda yaxshi eriganligidan bu gruppaning barcha kationlarini birdaniga cho'ktiradigan reagent ma'lum emas.

Biroq, A.G.Voskresenskiy, I.S.Solodkinlarning «Практическое руководство по качественному полумикроанализу (на основе бессероводородного метода)» kitobi bo'yicha ionlarning gruppalariga bo'linishi quyidagicha:

1. Birinchi analitik grupp kationlari — K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Li^+ .
 2. Ikkinchi analitik grupp kationlari — Ag^+ , Hg^{2+} , Pb^{2+} .
 3. Uchinchi analitik grupp kationlari — Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} .
 4. To'rtinchi analitik grupp kationlari — Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+} .
 5. Beshinchi analitik grupp kationlari — Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} .
 6. Oltinchi analitik grupp kationlari — Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Hg^{2+} .
- Biz mazkur darslikda klassifikatsiyalashning birinchisini asos qilib oldik.

5.3. Birinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari va aralashmasining analizi

Birinchi analitik grupp kationlarining grupp reagenti xlorid kislota va xloridlar bo'lib, ularning reaksiyalari va aralashmasining analizi 4.14-bandda batafsil qarab chiqilgan.

5.4. Ikkinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari va aralashmasining analizi

Ikkinchi analitik grupp kationlarining grupp reagenti sulfat kislota va eruvchan sulfatlar bo'lib, ionlarning reaksiyalari va aralashmasining analizi 2.9-bandda batafsil qo'rib chiqilgan.

5.5. Uchinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari

Uchinchi analitik grupp kationlarining grupp reagenti o'yuvchi ishqorlar bo'lib, ularning reaksiyalari quyidagi bandlarda batafsil qarab chiqilgan: Al^{3+} — 3.2; Cr^{3+} — 3.3; Zn^{2+} — 3.7; Sn^{2+} va Sn^{4+} — 4.10 va 4.11; As^{3+} va As^{5+} — 4.6; 4.7.

5.6. Uchinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi

Uchinchi analitik grupp kationlarining aralashmasini sistematiq analiz qilish quyidagicha bajarilishi mumkin:

1. Uchinchi grupp kationlarining gidroksidlarini cho'ktirish va ularni mo'l ishqorda eritish Chinni kosachadagi tarkibida uchinchi grupp kationlari bo'lgan aralashmaning 10-15 tomchisiga 3-5 tomchi vodorod peroksid qo'shib, aralashmani qizdirib va aralashtirib turgan holda hosil bo'layotgan gidroksidlar cho'kmasi to'liq erib ketguniga qadar 6 N NaOH eritmasi qo'shiladi. Vodorod peroksidning ortiqchasi aralashmani qizdirishni davom ettirib yo'qotiladi.

Reaksiyalar natijasida xrom (III), qalay (II) va mishyak (III) ionlari vodorod peroksid ta'siridan oksidlanadi va uchinchi grupp kationlarining barchasi amfoterligi tufayli anionlar ko'rinishida (AlO_2^- , CrO_4^{2-} , ZnO_2^{2-} , SnO_3^{2-} va AsO_4^{3-}) eritmaga (1-eritma) o'tadi.

2. Alyuminiy va qalay (IV) ionlarini cho'ktirish uchun 1-eritmaga oz-ozdan ammoniy xlorid kristallaridan qo'shib, qizdiriladi va aralashmaning hajmi kamayguncha bug'latiladi. Natijada $\text{Al}(\text{OH})_3$ va $\text{Sn}(\text{OH})_4$ cho'kmaga (1-cho'kma) tushadi, rux, xrom va mishyak ionlari eritmada (2-eritma) qoladi. Cho'kma sentrifugalab ajratilgan va yuvilgandan so'ng analiz qilinadi.

3. Alyuminiy va qalay (IV) ionlarini topish uchun 1-cho'kma 2 N HCl eritmasida eritiladi. Eritma ikkiga bo'linib, bir qismidan alyuminiy (3.2), ikkinchi qismidan qalay (4.10 va 4.11) topiladi.

4. Ruxni cho'ktirish va ajratishda 2-eritma natriy karbonatning konsentrlangan eritmasi bilan qizdiriladi. Eritmadagi ammiak to'liq chiqib ketgandan so'ng (ZnOH^+), CO_2 cho'kmaga (2-cho'kma) tushadi. Cho'kmani sentrifugalab ajratgandan so'ng, eritmada CrO_4^{2-} va AsO_4^{3-} (3-eritma) qoladi.

5. Rux ionini topish uchun 2-cho'kma 2 N HCl eritmasida eritiladi va rux ionini (3.7) topiladi.

6. Xrom va mishyakni topishda 4-eritma ikki qismga bo'linib, bir qismidan xrom (3.3), ikkinchi qismidan mishyak (4.7) topiladi.

Uchinchi analitik grupp kationlari aralashmasini analiz qilish sxemasi 5.2-jadvalda keltirilgan.

**Uchinchi analitik grupp kationlari aralashmasini
analiz qilish sxemasi**

Amal	Reaktiv	Ionlar	
Gidroksidlarni cho'ktirish va mo'l ishqorda eritish	$\text{NaOH} + \text{H}_2\text{O}_2$	1-eritma AlO_2^- , CrO_4^{2-} , ZnO_2^{2-} , SnO_3^{2-} , AsO_4^{3-}	
Alyuminiy va qalayni cho'ktirish	NH_4Cl , t°	1-cho'kma $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Sn}(\text{OH})_2$	2-eritma $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-}
1-cho'kmani eritish	HCl	3-eritma Al^{3+} , $[\text{SnCl}_6]^{2-}$	
Ruxni cho'ktirish	Na_2CO_3		2-cho'kma $(\text{ZnOH})_2\text{CO}_3$ 4-eritma CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-}

5.7. To'rtinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari

To'rtinchi analitik grupp kationlarining grupp reagenti ammiak bo'lib, u kationlarni gidroksidlar holida cho'ktiradi. Ionlarning reaksiyalari quyidagi bandlarda keltirilgan: Mg^{2+} – 2.6; Mn^{2+} – 3.6; Fe^{2+} va Fe^{3+} – 3.4; 3.5; Bi^{3+} – 4.2.

5.8. To'rtinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi

To'rtinchi grupp kationlari aralashmasining sistematik analizi taxminiy sinashlardan boshlanadi.

1. Taxminiy sinashlar. Aralashmada oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari natijasida o'z oksidlanish darajasini o'zgartiradigan Fe^{2+} va Fe^{3+} ionlari bo'lganligi uchun analiz shu ionlarni topishdan boshlanadi.

Fe^{2+} ionini topish uchun $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ bilan bo'ladigan va Fe^{3+} ionini topishda $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ bilan bo'ladigan reaksiyalardan foydalaniladi.

2. Surmani ajratish va topish. Probirkaga 10-15 tomchi tekshiriladigan eritmadan tomizib, unga qizdirib turib, 2 N HNO_3 eritmasidan qo'shiladi va eritma qaynaguncha qizdiriladi. Natijada surma metaantimonat kislotasi shaklida cho'kadi (1-cho'kma), eritmada temir, manganets, magniy va vismut ionlari (1-eritma) qoladi. Cho'kma sentrifugalab ajratiladi. Buning uchun 1-cho'kma konsentrlangan HCl eritmasida eritiladi va eritmadan surma topiladi (4.9; 4.9).

3. Hidroksidlarni cho'ktirish. 1-eritmaga mo'l miqdor 6 N NaOH eritmasidan 3 % li vodorod peroksid eritmasi qo'shiladi. Natijada temir, magniy, manganets hamda vismut ionlari hidroksidlar $\text{Fe}(\text{OH})_3$, H_2MnO_3 , $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$ shaklida cho'kadi (2-cho'kma). Vodorod peroksidning ortiqcha miqdori eritmani qaynatib chiqarib yuboriladi. Cho'kma eritmadan ajratiladi va yuvilgandan so'ng analiz qilinadi, eritma (2-eritma) esa tashlanadi.

4. Temir, magniy va vismutni eritish va ularni manganetsdan ajratish. 2-cho'kma 2 N HNO_3 bilan ishlanganda, temir, magniy va vismut hidroksidlari eritmaga (3-eritma) o'tadi, H_2MnO_3 esa erimaydi (3-cho'kma). Cho'kma sentrifugalab eritmadan ajratiladi va suv bilan yuviladi.

5. Manganets ionini topish. 3-cho'kmani 6 N HCl eritmasida qizdirib eritgandan so'ng eritmadan manganets topiladi (3.6).

6. Temir va vismutni magniydan ajratish. 3-eritmaga 2 N NH_3 ning suvli eritmasidan yaqqol ishqoriy muhit hosil bo'lguncha qo'shiladi. So'ngra eritmaga ammoniy xlorid qo'shilsa, magniy ioni eritmaga (4-eritma) o'tadi, temir va manganets ionlari hidroksidlar holida cho'kmaga (4-cho'kma) tushadi.

7. Magniyni topish. 4-eritmadan magniy topiladi (2.6).

8. Vismutni topish. 4-cho'kma 2 N HNO_3 da eritilib, eritmadan vismut topiladi (4.2).

To'rtinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi sxemasi 5.3-jadvalda keltirilgan.

5.3-jadval

To'rtinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi sxemasi

Amal	Reagent	Ionlar	
		1-cho'kma	1-eritma
Surmani ajratish va topish	HNO_3 , t°	HSbO_3	Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+}
Gidroksidlarni ajratish	$\text{NaOH} + \text{H}_2\text{O}_2$	2-cho'kma $\text{Fe}(\text{OH})_3$, H_2MnO_3 , $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$	2-eritma (tashlanadi)
Manganetsni ajratish	HNO_3	3-cho'kma H_2MnO_3	3-eritma Fe^{3+} , Mg^{2+} , Bi^{3+}
Fe^{3+} va Bi^{3+} ni Mg^{2+} dan ajratish	NH_3 , NH_4Cl	3-cho'kma $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$	4-eritma Mg^{2+}

5.9. Beshinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari

Beshinchi analitik grupp kationlarining grupp reagenti ham ammiak bo'lib, u kationlarni ammiakatlar komplekslari shaklida eritmaga o'tkazadi. Ionlarning reaksiyalari quyidagi bandlarda keltirilgan: Cu^{2+} – 4.3; Cd^{2+} – 4.5; Ni^{2+} – 3.9; Co^{3+} – 3.8; Hg^{2+} – 4.4.

5.10. Beshinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi

Beshinchi analitik grupp kationlarining sistematik analizi quyidagi tartibda bajariladi:

1. **Hg^{2+} va Cu^{2+} ionlarini ajratish.** Probirkaga tekshiriladigan eritmadan 10 tomchi tomizib, unga yaqqol ifodalangan kislotali muhitgacha 2 N H_2SO_4 eritmasi qo'shing. So'ngra aralashmaga 2-3 tomchi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ eritmasi qo'shib qizdiring. Natijada simob va mis ionlari $\text{HgS} + \text{CuS} + \text{S}$ shaklida cho'kmaga (1-cho'kma) tushib, Co^{2+} , Ni^{2+} , $[\text{Cd}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{2-}$, Zn^{2+} , S^{2-} ionlar eritmada (1-eritma) qoladi. Sulfidlar cho'kmasi sentrifugalab ajratilgach, yuvilib tekshiriladi.

2. **HgS ni ajratish.** 1-cho'kmani chinni kosachaga joylab, aralashmani qizdirib turib, 3 N HNO_3 eritmasi bilan ishlansa, CuS erib (2-eritma), eritmaga o'tadi, HgS esa cho'kmada (2-cho'kma) qoladi.

3. **Hg^{2+} ni topish.** 2-cho'kmani chinni kosachaga joylab, uni 2 N HCl va 3 % li H_2O_2 eritmalarining aralashmasi (1:3) bilan qizdirib turib ishlanadi. So'ngra cho'kma erishi natijasida, eritmaga o'tgan simob (II) ionlari topiladi (4.4).

4. **Cu^{2+} ni topish.** 2-eritmaning 2-3 tomchisi 2 N ammiakning suvdagi eritmasidan ishqoriy muhit hosil bo'lguncha qo'shilganda, ko'k rang kuchaysa, eritmada mis ionlari borligidan darak beradi.

5. **Rux ionini ajratish.** 1-eritma vodorod sulfid to'liq ajralib chiqib ketguniga qadar qizdiriladi. Vodorod sulfidning to'lig'icha ajralib chiqqanligini qo'rg'oshin (II) nitrat eritmasi bilan ho'llangan filtr qog'ozi yordamida tekshirib ko'rish mumkin. Vodorod sulfid ishtirokida qora dog' paydo bo'ladi. Qora dog'ning paydo bo'lmasligi vodorod sulfidning yo'qligidan dalolat beradi. So'ngra aralashmaga 5-6 tomchi 6 N NaOH eritmasi qo'shib qizdiriladi. Oqibatda $\text{Co}(\text{OH})_2$, $\text{Ni}(\text{OH})_2$, $\text{Cd}(\text{OH})_2$, gidroksidlar cho'kmaga (3-cho'kma) tushib, rux ZnO_2^{2-} shaklida eritmada (3-eritma) qoladi.

6. Rux ionini topish. 5-eritmada rux ionini topish uchun eritmaga 2 N sirka kislotasi qo'shiladi va Zn^{2+} ion $K_4[Fe(CN)_6]$ eritmasi yordamida topiladi.

7. Gidroksidlar cho'kmasini eritish va Co^{2+} , Ni^{2+} va Cd^{2+} ionlarini topish. 3-cho'kma to'liq erib ketguniga qadar 2 N HCl eritmasi tomiziladi. Hosil bo'lgan eritma uchga bo'linib, uning bir qismidan Co^{2+} , ikkinchi qismidan Ni^{2+} va uchinchi qismidan Cd^{2+} ionlari topiladi.

a) Co^{2+} ionini topish uchun eritmaning bir qismiga 2-3 tomchi 2 N sirka kislotasi eritmasi va 5-6 tomchi 6 N KNO_3 eritmasidan qo'shiladi. Co^{2+} ionlari bo'lganda, sariq kristall cho'kma tushadi.

b) Ni^{2+} ionini topish uchun eritmaning ikkinchi qismiga ishqoriy muhitgacha 2 N ammiak eritmasi qo'shiladi. So'ngra eritmaga dimetilglioksimning etil spirtidagi eritmasidan 2-3 tomchi tomizilganda, qizil rangli cho'kma hosil bo'lsa, u Ni^{2+} ionlari borligini ko'rsatadi.

d) Cd^{2+} ionni topish uchun eritmaning uchinchi qismiga $K[BiJ_4]$ eritmasi qo'shiladi. Vismut ionlari ishtirokida qora rangli BiJ_3 cho'kma hosil bo'ladi.

Beshinchi grupp kationlari aralashmasini analiz qilish sxemasi 5.4-jadvalda keltirilgan.

5.4-jadval

Beshinchi grupp kationlari aralashmasini analiz qilish sxemasi

Amal	Reagent	Ionlar	
Simob va mis ionlarini ajratish	$Na_2S_2O_3 + H_2SO_4$	1-cho'kma $HgS + CuS + S$	1-eritma $Co^{2+}, Ni^{2+}, [Cd(S_2O_3)_2]^{2-}, Zn^{2+}, S^{2-}$
HgS ni ajratish	HNO_3, t°	2-cho'kma $HgS + S$	2-eritma Cu^{2+}
Hg^{2+} ni topish	$HCl + H_2O_2$	$H_2[HgCl_4]$	
Cu^{2+} ni topish	NH_3 eritmasi		$[Cu(NH_3)_4]^{2+}$
Zn^{2+} ni ajratish	$NaOH, mo'l$	3-cho'kma $Co(OH)_2, Ni(OH)_2, Cd(OH)_2$	3-eritma ZnO_2^{2-}
Zn^{2+} ni topish	HCl $K_4[Fe(CN)_6]$	$Zn, K_4[Fe(CN)_6]$	
Gidroksidlarni eritish	HCl	4-eritma $Co^{2+}, Ni^{2+}, Cd^{2+}$	
4-eritma: a) Co^{2+} ni topish b) Ni^{2+} ni topish d) Cd^{2+} ni topish	a) $KNO_3 + CH_3COOH$ b) dimetilglioksim d) $K[BiJ_4]$	$K_4[Co(NO_3)_6] \downarrow$, cariq cho'kma Qizil cho'kma $BiJ_3 \downarrow$, qora cho'kma	

5.11. Oltinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari

Oltinchi analitik grupp kationlarining umumiy grupp reagenti yo'q. ularning reaksiyalari quyidagi bandlarda keltirilgan: K^+ – 2.3; Na^+ – 2.4; NH_4^+ – 2.5; Li^+ – 2.7.

5.12. Oltinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi

Oltinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi ammoniy ionini topishdan boshlanadi.

1. Ammoniy ionini topish. Tekshiriladigan eritmaning 4-5 tomchisiga 5-6 tomchi ishqor eritmasi qo'shib qizdirilganda ammiak hidi sezilsa, aralashmada ammoniy ion bor bo'ladi. Ammoniy ionni Nessler reaktivi yordamida ham tekshirib ko'rish mumkin.

2. Kaliy ionini topish. Tekshiriladigan eritmadan 4-5 tomchi olib, uni NaOH ning 6-7 tomchi 2 N eritmasi bilan qizdirib, eritmadagi ammiak to'liq haydab chiqariladi. So'ngra eritmaga bir necha dona $Na_2[Co(NO_2)_6]$ kristallari yoki uning yangi tayyorlangan eritmasi qo'shiladi. Agar sariq rangli cho'kma tushsa, tekshirilayotgan eritmada kaliy ion mavjud bo'ladi.

3. Natriy ionini topish. Tekshiriladigan eritmadan 4-5 tomchi olib, uni KOH ning 6-7 tomchi 2 N eritmasi bilan qizdirib, eritmadagi ammiak to'liq haydab chiqariladi. So'ngra shu eritmaga 5-6 tomchi KH_2SbO_4 eritmasi qo'shib, vodoprovod jo'mragi ostiga sovuq suvga qo'yib probirka devorlari shisha tayoqcha bilan ishqalanganda, oq cho'kma tushsa, eritmada natriy ion mavjuddir.

4. Litiy ionini topish. Tekshiriladigan eritmadan 3-5 tomchi olib, NH_4F , Na_2CO_3 yoki Na_2HPO_4 eritmalari bilan ta'sirlashtirib litiy ion topiladi. Litiy ishtirokida oq rangli cho'kma tushadi.

VI gruppalar kationlari aralashmasini analiz qilish sxemasi 5.5-jadvalda keltirilgan.

VI gruppalar kationlari aralashmasini analiz qilish sxemasi

Amal	Reagent	Ionlar	
NH_4^+ ni topish	NaOH , t°	NH_3 , ammiak hidi	K^+ , Na^+ , Li^+
NH_4^+ ni chiqarib vuborish	NaOH (1-eritma)	NH_4^+	K^+ , Na^+ (Na^+), Li^+
	KOH (2-eritma)		
K^+ ni topish	1-eritma + $\text{Na}_2[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$	$\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \downarrow$	K^+ (K^+), Na^+ , Li^+
Na^+ ni topish	1-eritma + KH_2SbO_4	NaH_2SbO_4	Li^+
Li^+ ni topish	Na_2CO_3	Li_2CO_3	
	NH_4F	LiF	
	Na_2HPO_4	Li_3PO_4	

5.13. VI gruppalar kationlari aralashmasining analizi

I-VI gruppalar kationlari aralashmasini kislota-asosli klassifikatsiya bo'yicha analiz qilish ham taxminiy sinashlardan boshlanadi.

1. **Taxminiy sinashlar** 4.18-da keltirilgan tartibda amalga oshiriladi. Eng avvalo, analiz uchun berilgan moddaning agregat holati: eritma yoki qattiq, rangi, cho'kmaning mavjudligi, pH qiymati, kelajakdagi analiz amallarini bajarish jarayonida qo'shiladigan, oksidlanishi yoki qaytarilishi mumkin bo'lgan tarkibiy qismlarni topish kerak bo'ladi.

NH_4^+ ionini topish uchun NaOH bilan (2.5.);

Fe^{2+} ionini topish uchun $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ bilan (3.5.);

Fe^{3+} ionini topish uchun $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ va NH_4CNS bilan (3.4.) bajarilgan reaksiyalar asosida amalga oshiriladi.

2. **Kationlar aralashmasini sistematik analiz qilish** davomida kationlar gruppalar reagentlari ta'siridan tegishli gruppalar bo'linadi.

3. **Birinchi va ikkinchi gruppalar kationlarini III-VI gruppalar kationlaridan ajratish** uchun 10-15 tomchi tekshiriladigan eritma olinib, probirkaga solinadi va unga tomchilab 2 N HCl va 2 N H_2SO_4 eritmaları qo'shiladi. Natijada AgCl , Hg_2Cl_2 , PbCl_2 , PbSO_4 , BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , (BiOCl , SbOCl , SbO_2Cl) cho'kmalar (1-cho'kma) hosil bo'ladi, eritmada III-VI gruppalar kationlari, Ca^{2+} , Cl^- va SO_4^{2-} (1-eritma) qoladi.

4. **Pb^{2+} ionini ajratish va topish** uchun 1-cho'kma chinni kosachaga solinib, unga biroz issiq suv qo'shiladi va aralashma qaynaguncha

qizdiriladi. Issiq eritma sentrifugalab, ajratilganda PbCl_2 eritmaga (2-eritma) o'tadi. Cho'kmada AgCl , Hg_2Cl_2 , PbSO_4 , BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , (BiOCl , SbOCl , SbO_2Cl) moddalar (2-cho'kma) qoladi. 2-eritmadagi Pb^{2+} ionlari 4.17 reaksiyalar yordamida topiladi.

5. PbSO_4 ni cho'kmadan ajratish uchun 2-cho'kmaga 30 % li ammoniy atsetat eritmasidan bir necha tomchi qo'shib, aralashma qaynaguncha qizdiriladi. Bunda qo'rg'oshin $(\text{PbCH}_3\text{COO})_2\text{SO}_4$ shaklida eritmaga (3-eritma) o'tadi. Cho'kmada AgCl , Hg_2Cl_2 , BaSO_4 , SrSO_4 , (BiOCl , SbOCl , SbO_2Cl) (3-cho'kma) qoladi.

6. Ag^+ ni ajratish va topish uchun 3-cho'kmaga konsentrlangan NH_3 eritmasi qo'shib, yaxshilab aralashtirilganda kumush xlorid kompleks $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ ionlari (4-eritma) hosil qilib eritmaga o'tadi. Bunda Hg_2Cl_2 o'zgarib, $\text{Hg} + \text{HgNH}_2\text{Cl}$ ga aylanib, cho'kmaning rangi qorayadi. Shunday qilib, cho'kma tarkibida $\text{Hg} + \text{HgNH}_2\text{Cl}$, BaSO_4 , SrSO_4 , (BiOCl , SbOCl , SbO_2Cl) (4-cho'kma). 4-eritmadan HNO_3 ta'sir ettirib topiladi (4.15).

7. $\text{Hg} + \text{HgNH}_2\text{Cl}$ ni ajratish uchun 4-cho'kma chinni kosachaga solinib, unga 5-7 tomchi bromli suv qo'shib, cho'kmadagi qora zarrachalar yo'qolguncha va ortiqcha brom chiqib ketguncha mo'rili shkaf ostida qaynatiladi. Cho'kmani sentrifugalab ajratgandan keyin sentrifugat (5-eritma) tashlab yuboriladi. Cho'kmada BaSO_4 , SrSO_4 , (BiOCl , SbOCl , SbO_2Cl) lar (5-cho'kma) bo'ladi.

8. Bi^{3+} va Sb^{3+} ionlarini ajratish va topish uchun 5-cho'kmaga 5-6 tomchi konsentrlangan HCl qo'shib, qizdiriladi. Natijada surma va vismutning oksixloridlari eritmaga (6-eritma) o'tadi va cho'kmada BaSO_4 va SrSO_4 (6-cho'kma) qoladi. 6-eritmadan Bi^{3+} 4.2 va Sb^{3+} 4.8; 4.9-reaksiyalar yordamida topiladi.

9. BaSO_4 va SrSO_4 cho'kmalarni karbonatlarga aylantirish va Ba^{2+} , Sr^{2+} ionlarini topish uchun 6-cho'kmaga Na_2CO_3 ning konsentrlangan eritmasi qo'shib, aralashma qaynatiladi (2.14 ning 2-bandi). Cho'kmada BaCO_3 va SrCO_3 (7-cho'kma) bo'ladi, eritma (7-eritma) tashlab yuboriladi. Karbonatlar cho'kmasi sirka kislotada eritiladi. Eritmadan oldin Ba^{2+} ion ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{CH}_3\text{COONa}$) va eritmadagi bariy to'lig'icha ajratilgandan so'ng Sr^{2+} ion (H_2SO_4) topiladi.

10. Ca^{2+} ionini ajratish va topish uchun 1-eritmaga hajmining 50 % miqdorida etil spirt qo'shib, sekin qizdiriladi va aralashma biroz qoldiriladi. Natijada cho'kmaga CaSO_4 (8-cho'kma) tushadi, eritmada esa III, IV, V va VI gruppalarning kationlari (8-eritma)

qoladi. Cho'kma sentrifugalab, ajratiladi va sovuq suv bilan aralashtirilib ishlov beriladi. Qoldiq sentrifugalab ajratiladi va eritmadan Ca^{2+} ioni topiladi. Uning borligiga to'liq ishonch hosil qilish uchun cho'kmani yuqoridagi tartibda (7) karbonatga aylantirib, karbonatni sirka kislotada eritib, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ yoki $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ yordamida tekshirib ko'rish mumkin.

11. IV, V analitik gruppalar kationlarini III va VIcgruppalar kationlaridan ajratish uchun 8-eritmadagi spirt eritmani qizdirish yo'li bilan chiqarib yuboriladi. So'ngra unga bir necha tomchi vodorod peroksid va mo'l miqdor 2 N NaOH eritmasi qo'shiladi. Eritma shisha tayoqcha bilan aralashtirib turilgan holda 3-5 daqiqa qizdiriladi. Vodorod peroksidning ortiqchasi eritmani qaynatib, chiqarib yuboriladi. Cho'kma sentrifugalab ajratiladi. Cho'kmada $\text{Fe}(\text{OH})_3$, H_2MnO_3 , $\text{Co}(\text{OH})_3$, $\text{Cd}(\text{OH})_2$, $\text{Ni}(\text{OH})_2$, $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, HgO , $\text{Bi}(\text{OH})_3$, $\text{SbO}(\text{OH})_3$ (9-cho'kma) va sentrifugatda AlO_2^- , ZnO_2^{2-} , SnO_2^{2-} , CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-} va VI gruppalar kationlari (9-eritma) bo'ladi.

12. Surma ionini ajratish uchun 9-cho'kma tarkibida vodorod peroksid bo'lgan biroz miqdor 2 N HNO_3 eritmasida qizdirib turib eritiladi. Bunda $\text{SbO}(\text{OH})_3$, HSbO_3 ga, H_2MnO_3 va $\text{Co}(\text{OH})_3$, Mn^{2+} va Co^{2+} ga aylanadi. Cho'kmani (10-cho'kma) sentrifugalab ajratgandan so'ng konsentrlangan HCl eritmasida eritib, undan surma topiladi (4.8; 4.9). Eritmada Fe^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Mg^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} (10-eritma) qoladi.

13. IV analitik gruppalar kationlarini V analitik gruppalar kationlaridan ajratish uchun 10-eritmaga 2 N Na_2CO_3 eritmasidan yetarli darajada qo'shiladi. Natijada ionlar karbonat, oksikarbonat va gidroksidlar hosil qilib cho'kadi. Cho'kmaga mo'l ammiak eritmasi qo'shib, ishlov berilganda V gruppalar kationlari ammiakatlar shaklida eritmaga (11-eritma) o'tadi. Bunda IV analitik gruppalar kationlari FeOHCO_3 , MnCO_3 , $(\text{MgOH})_2\text{CO}_3$ va $\text{Bi}(\text{OH})_3$ shaklida cho'kmada (11-cho'kma) qoladi.

14. IV analitik gruppalar kationlari analizi 4.12-bandda ko'rsatilgan tartibda amalga oshiriladi.

15. V analitik gruppalar kationlari analizi 4.18-bandda ko'rsatilgan tartibda amalga oshiriladi.

16. III analitik gruppalar kationlarini VI analitik gruppalar kationlaridan ajratish uchun 9-eritmaga tomchilab, 2 N HCl eritmasi qo'shilsa, anion shaklidagi ionlar kation shakliga o'tadi. Anionlar to'lig'icha kation

shakliga o'tgandan (kislotali muhit) keyin eritmaning bir qismiga sekin tomchilatib, 2 N KOH, ikkinchi qismiga esa NaOH eritmasi qo'shiladi. Ishqorlar eritmalarini qo'shish davomida to'la cho'kishi tekshirib turiladi. Ortiqcha miqdor ishqorlar eritmalarini qo'shish gidroksidlarning erib ketishiga olib kelishini unutmang. Har ikkala holda ham III grupp kationlarining gidroksidlari hosil bo'ladi (12-cho'kma), eritmalarda esa VI grupp kationlari (13a va 13b-eritmalar) qoladi.

17. III analitik grupp kationlari analizi 3.11-bandda ko'rsatilgan tartibda amalga oshiriladi.

18. VI grupp kationlari analizi 5.12-bandda keltirilgan sxema bo'yicha amalga oshiriladi. Bunda KOH eritmasi qo'shib, olingan 13a-eritmada Na^+ va Li^+ ionlari, NaOH eritmasi qo'shib olingan 13b-eritmada esa K^+ va Li^+ ionlari topiladi.

5.6-jadvalda I-VI analitik gruppalar kationlari analizining umumiy sxemasi keltirilgan.

5.6-jadval

I-VI analitik gruppalar kationlari analizining umumiy sxemasi

Amal	Reagent	Ionlar	
I-II gruppalar kationlarini III-VI gruppalar kationlaridan ajratish	$\text{HCl} + \text{H}_2\text{SO}_4$	1-cho'kma $\downarrow \text{AgCl, Hg}_2\text{Cl}_2, \text{PbCl}_2, \text{PbSO}_4, \text{BaSO}_4, \text{SrSO}_4, (\text{CaSO}_4, \text{SbO}_2\text{Cl, SbOCl, BiOCl})$	1-eritma III-VI gruppalar kationlari, $\text{Ca}^{2+}, \text{SO}_4^{2-}, \text{Cl}^-$
Pb^{2+} ionini cho'ktirish (1-cho'kma)	$\text{H}_2\text{O}, t^\circ$	2-cho'kma $\downarrow \text{AgCl, Hg}_2\text{Cl}_2, \text{PbSO}_4, \text{BaSO}_4, \text{SrSO}_4, (\text{SbO}_2\text{Cl, SbOCl, BiOCl})$	2-eritma $\text{Pb}^{2+}, \text{Cl}^-$
PbSO_4 ni yo'qotish (2-cho'kma)	$\text{CH}_3\text{COONH}_4, t^\circ$	3-cho'kma $\downarrow \text{AgCl, Hg}_2\text{Cl}_2, \text{BaSO}_4, \text{SrSO}_4, (\text{SbO}_2\text{Cl, SbOCl, BiOCl})$	3-eritma $(\text{CH}_3\text{COOPb})_2\text{SO}_4$
Hg_2^{2+} va Ag^+ ionlarni ajratish (3-cho'kma)	NH_4OH	4-cho'kma $\downarrow \text{Hg} + \text{HgNH}_2\text{Cl, BaSO}_4, \text{SrSO}_4, (\text{SbO}_2\text{Cl, SbOCl, BiOCl})$	4-eritma $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$
$\text{Hg} + \text{HgNH}_2\text{Cl}$ ni ajratish (4-cho'kma)	$\text{Br}_2 + \text{H}_2\text{O}, t^\circ$	5-cho'kma $\text{BaSO}_4, \text{SrSO}_4, (\text{SbO}_2\text{Cl, SbOCl, BiOCl})$	5-eritma tashlanadi
Bi^{3+} va Sb^{3+} ionlarni ajratish (5-cho'kma)	HCl, t°	6-cho'kma $\text{BaSO}_4, \text{SrSO}_4$	6-eritma $\text{Bi}^{3+}, [\text{SbCl}_6]^{3-}$

BaSO ₄ va SrSO ₄ ni BaCO ₃ va SrCO ₃ ga aylantirish (5-cho'kma)	Na ₂ CO ₃ , t°	7-cho'kma ↓ BaCO ₃ , SrCO ₃		7-eritma tashlanadi
Ca ²⁺ ni ajratish (1-eritma)	C ₂ H ₃ OH, t°	8-cho'kma CaSO ₄	8-eritma III-VI gruppalar kationlari	
III va VI gruppalar kationlarini IV-V gruppalar kationlaridan ajratish (8-eritma)	NaOH+H ₂ O ₂ , t	9-cho'kma ↓ Fe(OH) ₃ , H ₂ MnO ₄ , Mg(OH) ₂ , Cu(OH) ₂ , Cd(OH) ₂ , Ni(OH) ₂ , Co(OH) ₃ , HgO, SbO(OH), Bi(OH) ₃	9-eritma AlO ₂ ⁻ , ZnO ₂ ²⁻ , AsO ₄ ³⁻ , CrO ₄ ²⁻ , SnO ₃ ²⁻ , K ⁺ , Na ⁺ , NH ₄ ⁺ , Li ⁺	
Sb ³⁺ ionni HSbO ₃ shaklida ajratish (9-eritma)	HNO ₃ +H ₂ O ₂	10- cho kma ↓ HSbO ₃	10-eritma Fe ³⁺ , Mn ²⁺ , Mg ²⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺ , Ni ²⁺ , Co ²⁺ , Hg ²⁺ , Bi ³⁺	
IV gruppa kationlarini V gruppa kationlaridan ajratish (10-eritma)	Na ₂ CO ₃ +N H ₄ OH	11-cho'kma ↓ (FeOH) ₂ CO ₃ , MnCO ₃ , Bi(OH) ₃ , (MgOH) ₂ CO ₃	11-eritma [Cu(NH ₃) ₄] ²⁺ , [Cd(NH ₃) ₄] ²⁺ , [Ni(NH ₃) ₄] ²⁺ , [Co(NH ₃) ₄] ²⁺ , [Hg(NH ₃) ₄] ²⁺	

5.14. Anionlarning reaksiyalari

Darslikning nazariy qismida («Analitik kimyo asoslari», 2003, 66-bet) va ushbu kitobning 2.1-bandida anionlarni gruppalariga ajratishning asosiy tamoyillari ko'rsatib o'tilgan. Shularga asoslanib, metodikada anionlar ikki gruppaga ajratib ko'rib chiqildi.

Eslatma. Anionlarning kationlar reaksiyalarida o'rganilgan xususiy reaksiyalari chiqarib tashlanadi.

5.15. Birinchi analitik gruppa anionlarining reaksiyalari

Birinchi analitik gruppa anionlariga Cl⁻, Br⁻, J⁻, S²⁻, CN⁻, SCN⁻, [Fe(CN)₆]⁴⁻, [Fe(CN)₆]³⁻, ClO₃⁻, ClO₄⁻, ClO⁻, BrO₃⁻, Se²⁻, Te²⁻, NO₃⁻, NO₂⁻ va CH₃COO⁻ ionlari kiradi. Ularning bariyli tuzlari suvda eriydi. Quyida biz ko'p uchraydigan anionlarning reaksiyalarini ko'rib chiqamiz.

Birinchi gruppa anionlarini turli reagentlarga bo'lgan munosabatiga ko'ra uch gruppachaga bo'lish mumkin:

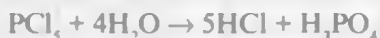
1) kumushli va ruxli tuzlari suvda erimaydigan anionlar: S²⁻, Se²⁻, Te²⁻, [Fe(CN)₆]⁴⁻, [Fe(CN)₆]³⁻;

2) kumushli tuzlari nitrat kislotada erimaydigan anionlar: Cl⁻, Br⁻, J⁻, CN⁻, SCN⁻;

3) kumushli va ruxli tuzlari suvda eriydigan anionlar: NO₃⁻, NO₂⁻, ClO₃⁻, ClO₄⁻, BrO₃⁻, CH₃COO⁻ va boshqa.

5.16. Xlorid anionining reaksiyalari

Xlorid ioni eng kuchli kislotalardan biri bo'lgan xlorid kislotalaning anionidir. Shuning uchun HCl ning kuchli ishqorlar bilan hosil qilgan tuzlari neytral, kuchsiz asoslar bilan hosil qilgan tuzlari esa kislotali muhitga ega. Xlorid ioni rangsiz bo'lib, u rangli kationlar bilangina rangli tuzlar ($\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – pushti-binafsha, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – pushti, NiCl_2 – sariq, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – yashil, CrCl_3 – binafsha, $\text{CrCl}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ – yashil) hosil qiladi. Fosfor, mishyak, surma singari elementlarning xloridlari gidrolizga uchrab, xlorid kislota va kislorodli kislota hosil qiladi, masalan:



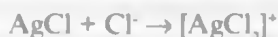
Xlorid kislota va uning tuzlari kislotali muhitda qaytaruvchilar bo'lganligi uchun oksidlanib, erkin xlor shaklida ajraladi. O'zgaruvchan yuqori valentli elementlarning xloridlari beqaror bo'lib, issiqlik ta'siridan erkin xlor ajralishi bilan parchalanadi, masalan:



Asl metallarning xloridlari kuydirilganda erkin metall va xlor hosil qilib parchalanadi, masalan:



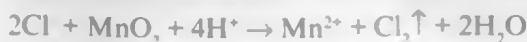
Ayrim metallarning xloridlari komplekslanish xossasiga ega:



Suvda va suyultirilgan nitrat kislota erimaydigan ayrim xloridlarning mo'l HCl, Cl^- va zar suvi ta'siridan erishini komplekslanish bilan tushuntirish mumkin.

Xloridlarning AgCl , Hg_2Cl_2 , PbCl_2 , CuCl , BiOCl , SbOCl , SbO_2Cl , SnOCl , singari tuzlari suvda kam eriydi.

1. Oksidlovchilar ta'siridan xlorid ioni erkin xlogacha oksidlanadi. Probirkaga 4-5 tomchi NaCl eritmasi va 4-5 tomchi konsentrlangan H_2SO_4 va ozgina MnO_2 solinib, aralashma sekin qizdirilsa, erkin xlor ajralayotganini ko'ramiz. Ajralib chiqayotgan xlorni probirka og'zida tutib turilgan ho'l yod-kraxmalli qog'ozning ko'karishidan bilib olish mumkin:



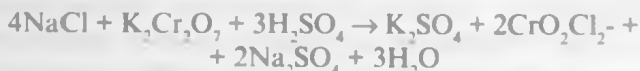
Ushbu reaksiyaga Br^- va J^- anionlari xalaqit beradi.

Mazkur reaksiyani o'tkazish uchun oksidlovchi sifatida KMnO_4 ham olinishi mumkin:



Xloridlarning oksidlanishi faqat kuchli kislotali muhitda kechadi. neytral muhitda xloridlar oksidlanmaydi, ishqoriy muhitda esa erkin xlor ajralmasdan, xlor yuqoriroq oksidlanish darajasigacha oksidlanadi. Reaksiya yuqoriroq haroratda va ta'sirlashuvchi moddalarning yuqoriroq konsentratsiyali eritmalarida o'tkazilsa, tez sodir bo'ladi. Xlor zaharli bo'lganligi uchun reaksiyani mo'rtlik bilan o'tkazish zarur.

2. Kaliy dixromat — $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ning 0,1-0,2 g (quruq) miqdori shuncha massa quruq va hovonchada maydalangan NaCl bilan aralashtirilib, aralashmaga 5-10 tomchi konsentrlangan H_2SO_4 qo'shib sekin qizdirilsa, qizil-qo'ng'ir rangli xromil xlorid gazi ajralib chiqadi:



Xromil xlorid yengil gidrolizlanadigan modda bo'lib, ishqor ishtirokida quyidagi reaksiya yuzaga keladi:



Ajralib chiqayotgan xromil xloridni ishqorga ho'llangan va reaksiya o'tkazilayotgan probirkaning eritmadan yuqoriroq qismiga kiritilgan shisha tayoqcha yordamida ushlab (ishqorga yutilish natijasida) qolish mumkin. Ushlab qolingan xromil xloridli shisha tayoqcha toza probirkaga tushirilib, distillangan suv bilan yuvilsa va eritmaga sulfat yoki sirka kislota qo'shib, kislotali muhit hosil qilinsa, dixromat ioni hosil bo'ladi. Unga xos reaksiya bilan xlorid ionining borligiga ishonch hosil qilinadi. Biroq bu reaksiyani bajarish ancha ehtiyotlikni talab etadi: ishqorga ho'llangan shisha tayoqcha probirka devorlariga tegib ketmasligi va oldindan qolgan dixromat ioni bo'lmasligi kerak.

Agar tekshiriladigan obyekt eritma bo'lsa, reaksiyani boshlashdan oldin eritma konsentrlanishi, so'ngra suv hammomida bug'latilib, quritilishi kerak (qattiq qizdirilganda uchuvchan xloridlarning yo'qotilish xavfi bor). Reaksiyani o'tkazganda dixromat xlorid nisbati buzilsa, xromil xlorid o'rniga erkin xlor ajraladi, bu esa reaksiyaning sezuvchanligini kamaytiradi:





3. Konsentrlangan sulfat kislota oz miqdordagi quruq NaCl bilan ta'sirlashganda, gaz holda HCl ajralib chiqadi:



Probirka og'ziga tutilgan ho'llangan ko'k lakmus qog'ozning qizarishidan ajralib chiqayotgan HCl ni sezsa bo'ladi.

5.17. Bromid anionining reaksiyalari

Bromidlarning ishqoriy va ishqoriy-yer metallari kationlari bilan hosil qilgan tuzlari ham xloridlarniki singari neytral, kuchsiz asoslar kationlari bilan hosil qilgan tuzlari esa kislotali muhitga ega. Bromidlardan faqat AgBr, Hg₂Br₂, PbBr₂, CuBr suvda yomon eriydi. Bromid xloriddan kuchliroq qaytaruvchidir. Bromid kislota va bromid ionni oksidlashda yuqorida xloridlarni oksidlash uchun ishlatilgan oksidlovchilardan tashqari konsentrlangan sulfat kislota va xlorli suv qo'llaniladi. Xlorli suv bilan bromidni oksidlash quyidagicha kechadi:

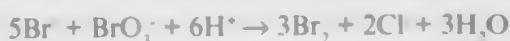


Xlor ortiqcha olinsa, yuqoridagi reaksiya natijasida hosil bo'layotgan brom xlor bilan ta'sirlashib, sarg'ish brom xlorid gazini hosil qiladi:

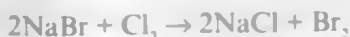


Qizdirilganda xlor hatto erimaydigan bromid tuzlarini ham oksidlaydi.

Bromid ionni bromat ionni bilan oksidlanganda, qo'ng'ir rangli erkin brom hosil bo'ladi:



1. Oksidlovchilar ta'siridan bromid ionni kislotali muhitda erkin bromga aylanadi. NaBr ning 4-5 tomchi eritmasiga 3-4 tomchi H₂SO₄ va 5-6 tomchi S₈N₆ yoki xloroform qo'shib, aralashtirilib turilgan holda eritmaga 2-3 tomchi xlorli suv tomizilsa, benzol (yoki xloroform) qavati sarg'ish yoki qizil-qo'ng'ir tusga kiradi. Bu erkin Br₂ ajralib, organik erituvchi qavatida eriganligini bildiradi:



Xlorli suv (oksidlovchi) ortiqcha miqdorda qo'shilsa, eritma rangsizlanadi, bu sarg'ish rangli BrCl hosil bo'lganligini ko'rsatadi:



2. Fuksinsulfid kislota. Tekshiriladigan eritmani soat oynasiga tomizib, unga xrom angidridining suvdagi 25 % li eritmasidan 5 tomchi qo'shilsa, sovuq sharoitda bromid oksidlanadi:



Ikkinchi soat oynasiga

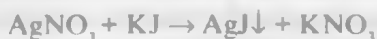


reaksiya natijasida olingan H_2SO_3 ta'siridan rangsizlantirilgan fuksin eritmasi bilan ho'llangan filtr qog'ozini berkitib, birinchi soat oynasi ustiga qoplanganda Br_2 bug'lari ta'sirida ko'k-binafsha rang paydo bo'ladi. Ushbu reaksiya uy haroratida o'tkazilishi kerak, chunki xlorid ioni ishtirok etganda hatto suv hammomida ozgina qizdirganda ham fuksinsulfid kislotali qog'ozni ranglantiradigan xromil xlorid hosil bo'ladi. Reaksiya sekin kechganda, so'nggi xulosa 10-15 daqiqa o'tgach qilinishi kerak.

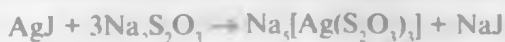
5.18. Yodid anionining reaksiyalari

J⁻ ioni kuchli HJ kislotalaning anioni bo'lib, eritmalarda rangsizdir. Uning AgJ , PbJ_2 , Hg_2J_2 , HgJ_2 , CuJ va BiJ_3 birikmalari suvda erimaydi. Yodid ioni bromid va, ayniqsa, xlorid ionidan kuchli qaytaruvchi. U xlor, brom, KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, HNO_3 , HNO_2 , Cu^{2+} , Fe^{3+} va boshqa oksidlovchilar ta'sirida oson oksidlanadi. Shu moddalar bilan bo'ladigan reaksiyalar yordamida yodid ionni topish va ajratish mumkin.

1. Kumush nitratning 4-5 tomchi eritmasi KJ ning 3-4 tomchi eritmasiga ta'sir ettirilsa, och sariq rangli suzmasimon AgJ cho'kma hosil bo'ladi:



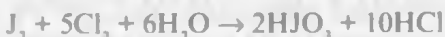
Cho'kma faqat KCN va $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ eritmasi va rux metali ta'sirida eriydi:



2. Oksidlovchilar yodid ionni turli oksidlanish darajalarigacha oksidlaydi.

Xlorli suv yodid ionni erkin yodgacha oksidlaydi.

Reaksiyani bajarishda 2-3 tomchi KJ eritmasiga 1-2 tomchi H_2SO_4 , 5-6 tomchi benzol, 3-4 tomchi xlorli suv qo'shib, aralashma chayqatilsa, oldin benzol qavatining binafsha rangga kirishi, so'ngra yana 5-6 tomchi xlorli suv qo'shilganda benzol qavatining rangsizlanishi kuzatiladi:

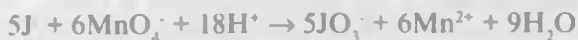


Yodid ionini xlorli suv bilan oksidlash reaksiyasi neytral muhitda o'tkazilishi mumkin. Eritmaga kislota qo'shish oksidlanishni kuchaytiradi. Ishqoriy muhitda yodit va gipoyoditning hosil bo'lishi natijasida reaksiya samara kuzatilmaydi. Xlorli suvni tomchilab quyilmasa, yodatning hosil bo'lishi ham reaksiya samarani niqoblaydi. Organik erituvchi o'rniga kraxmal eritmasini ishlatish mumkin, bunda kraxmal ajralib chiqayotgan yod ta'siridan ko'karadi.

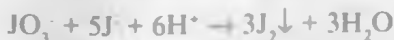
Kaliy permanganat $KMnO_4$ kislotali muhitda yodid ionni erkin yodgacha oksidlaydi.



Neytral va ishqoriy muhitda yodat hosil bo'lishi tufayli oxirgi samarani ko'rib bo'lmaydi. Permanganat bilan oksidlanadigan qaytaruvchilar eritmada bo'lmasligi kerak. Reaksiyaning sezuvchanligini oshirish uchun ozgina isitilgan yodid ion eritmasiga sulfat kislotali muhitda permanganat eritmasi tomchilab qo'shiladi. Bunda yodid ion yodatgacha oksidlanadi:



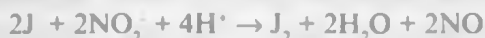
Qizil rang paydo bo'la boshlagan zahoti $KMnO_4$ qo'shish to'xtatiladi va uning ortiqchasi 1-2 tomchi vodorod peroksid ta'sirida qaytariladi. Vodorod peroksidning ortiqchasini eritma qizdirilib yo'qotiladi (parchalanish). Hosil bo'lgan yodat eritmaga kaliy yodid eritmasini qo'shish orqali topilishi mumkin. Bunda dastlabki 5 mol yodid ionga to'g'ri kelgan 1 mol yodat iondan 3 mol yod ajralgani uchun reaksiyaning sezuvchanligi ancha oshadi:



Yodid iondan yodat olish uchun neytral muhitda bromli suv ta'sir ettirish mumkin. Bromli suvning qoldig'i sulfosalitsil kislota ta'sirida yo'qotilishi kerak.

Reaksiyani hajarish uchun 3-5 tomchi KJ eritmasiga bir necha tomchi H_2SO_4 eritmasi va 1-2 tomchi $KMnO_4$ eritmasi tomizsak, $KMnO_4$ ning och binafsha (pushti) rangi yo'qolib, qo'ng'ir rangli yod ajralganini ko'ramiz.

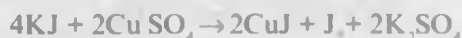
Nitrit kislota – HNO_2 va uning tuzlari kislotali muhitda yodid ionni yodgacha oksidlaydi.



Yodning ajralganini kraxmalning ko'karishidan bilib olish mumkin. Reaksiya sovuq sharoitda kuchsiz kislotali (CH_3COOH) muhitda bromidlar, sianidlar ($CN^- + J_2 \rightarrow CNJ\uparrow + J$) va qaytaruvchilar ishtirok etmaganda o'tkazilishi kerak.

Reaksiyani hajarish uchun chinni plastinkaga 1-2 tomchi tekshiriladigan eritma tomizib, unga kraxmal, KNO_2 va sirka kislota eritmalaridan bir tomchidan qo'shing.

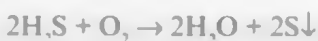
J anioni kuchli qaytaruvchi bo'lgani uchun kislotali muhitda $K_2Cr_2O_7$, $FeCl_3$, $CuSO_4$ kabi oksidlovchilar ta'sirida ham oksidlanadi:



5.19. Sulfid anionining reaksiyalari

Sulfid kislota tuzlari nordon va o'rta tuzlarga bo'linadi. Gidrosulfidlar va ammoniy hamda ishqoriy va ishqoriy-yer metallari sulfidlari suvda yaxshi eriydi. Qolgan barcha sulfidlar (o'rta tuz) suvda kam eriydi. Suvda eruvchan sulfidlar kuchli gidrolizlanib, ishqoriy muhit hosil qiladi. Ishqoriy va ishqoriy-yer metallari sulfidlarning suvli eritmaları gidroliz tufayli kuchli ishqoriy muhitga ega bo'ladi. Ko'pchilik oltingugurtli birikmalar (polisulfidlar) sulfid kislota tuzlari sifatida qaralsa, ularning ayrimlari tioangidridlar xossalarini namoyon qiladi.

Sulfid ion va vodorod sulfid kuchli qaytaruvchilik xossalariga ega. Sulfid kislota (vodorod sulfidning suvli eritmasi) saqlanganda havo kislorodi ta'sirida oksidlanib, oltingugurt hosil qiladi, oqibatda vodorod sulfidli suv loyqalanadi:



Kuchli oksidlovchilar sulfid ionni sulfat iongacha oksidlaydi:



Sulfid ioni rangsiz bo'lsa-da, uning tuzlari turli ranglarga egadir.

1. Xlorid yoki sulfat kislota sulfidlar bilan ta'sirlashganda vodorod sulfid hosil bo'ladi.

Reaksiyani hajarishda probirkaga ozgina maydalangan qattiq sulfid yoki 2-3 tomchi suvli eritma solib, unga tomchilatib, 15 % li xlorid yoki sulfat kislota eritmasi qo'shiladi va probirka kichik voronka o'rnatilgan tiqin bilan berkitiladi. Voronkaning ustiga $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ eritmasi bilan ho'llangan filtr qog'oz yopilib, aralashma sekin qizdiriladi. Ajralib chiqayotgan vodorod sulfid tufayli (mo'rili shkafda) filtr qog'ozi qorayadi.

Ayrim tog' jinslaridagi kam eriydigan sulfidlar (CuS , Cu_2S , CoS , NiS , HgS , As_2S_3) kislotalar bilan ta'sirlashganda vodorod sulfid ajralmaydi. Bunday sulfidlarni eruvchan holatga o'tkazish uchun NaOH bilan yaxlitlash



yoki rux kukuni bilan aralashtirib, xlorid kislota bilan ishlash talab etiladi:



2. Kaliy permanganat yoki boshqa oksidlovchilar kislotali muhitda sulfid ionni oltingugurtgacha qaytaradi.

Reaksiyani hajarish uchun probirkaga tekshiriladigan sulfiddan ozgina solib, unga ozroq 10 % li HCl eritmasi qo'shib, probirkaning og'zi gaz olish nayi yordamida berkitiladi va nayning ikkinchi uchi tarkibida H_2SO_4 bo'lgan KMnO_4 eritmasiga tushirilganda, ajralib chiqayotgan H_2S kaliy permanganatning rangini yo'qotadi:



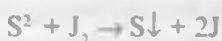
Eritmaning rangi boshqa qaytaruvchilar, masalan, SO_2 ta'siridan ham yo'qolishi mumkin. Oksidlovchilar sifatida $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ va boshqalar ishlatilishi mumkin.

3. Natriy nitroprussid — $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ sulfid ioni bilan qizil-binafsha rangli kompleks birikma — $\text{Na}_4[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NOS}]$ hosil qiladi.



Vodorod sulfid va HS⁻ ioni bunday reaksiyaga kirishmaydi. Agar ularning eritmalariga ishqor qo'shilsa, eritmada sulfid ionni hosil bo'lishi tufayli kompleks hosil bo'ladi.

4. Oksidlovchilar ta'siridan sulfid ioni oksidlanib, yod, kaliy permanganat va boshqa rangli oksidlovchilarni qaytarib, eritmalarini rangsizlantiradi:



5. Kumush nitrat eritmasidan 3-4 tomchisi 2-3 tomchi sulfid eritmasiga tomizilsa, qora rangli Ag₂S cho'kma hosil bo'ladi:



Cho'kma qaynatilganda suyultirilgan HNO₃ da eriydi, NH₄OH da esa erimaydi.

5.20. Rodanid anionining reaksiyalari

Ko'pchilik rodanidlar xloridlar singari suvda yaxshi eriydi. Natriy va kaliy rodanidlarining suvli eritmaları neytral muhitga ega. Rodanidlarning ko'pchiligi rangsiz. CuSCN, Cu(SCN)₂, AgSCN, Hg(SCN)₂, Pb(SCN)₂ singari rodanidlar suvda erimaydi. Rodanid kislota kuchli kislota ($K_{HSCN} = 1,4 \cdot 10^{-1}$) bo'lganligidan suvda erimaydigan rodanidlar sulfat va xlorid kislotalarda erimaydi. Rodanid kislota va rodanidlar oksidlanishi ham, qaytarilishi ham mumkin.

1. Cu tuzlari eritmasi rodanidli eritmaga tomizilsa, oldin zumrad rang paydo bo'lib, ko'proq qo'shilganda qora rangli Cu(SCN)₂ cho'kma hosil bo'ladi:



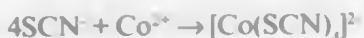
Sulfitlar yoki sulfat anhidrid ishtirokida oq rangli cho'kma tushadi:



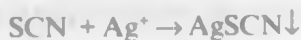
2. Simob (II) nitrat ta'siridan rodanid ioni oq cho'kma hosil qiladi, bu cho'kma mo'l rodanidga erib ketadi:



3. Kobalt tuzlari bilan rodanid ioni ta'sirlashganda, amil spirtida eriydigan ko'k rangli kompleks hosil bo'ladi:



4. Kumush nitrat rodanid ionni suyultirilgan nitrat kislota va ammoniy karbonatda erimaydigan va ammiakda oz eriydigan oq cho'kma shaklida cho'ktiradi:



5. Sulfat kislota quruq rodanidlarga ta'sir ettirilganda, turli xil hidli va zaharli gazlar hosil bo'ladi. Quruq rodanid bilan suyultirilgan (1:1) sulfat kislota ta'sirlashib, zaharli COS hosil qiladi:



Konsentrlangan sulfat kislota ta'siridan, bundan tashqari HCOOH , CS_2 , CO_2 , SO_2 ham hosil bo'ladi.

6. Oksidlovchilar rodanid tarkibidagi oltingugurtни sulfatgacha oksidlaydi:



Oksidlash kaliy permanganat ta'sirida o'tkazilsa, kislotali, ishqoriy, neytral muhitlarda sulfat hosil bo'ladi. Kislotali muhitda juda zaharli HCN hosil bo'lganligi uchun reaksiya rodanid ishtirokida juda kam miqdorda, mo'rili shkafta o'tkaziladi:



7. Zn metali kislotali muhitda rodanid ion bilan ta'sirlashib, vodorod sulfid va sianid kislota (mo'rili shkaft) hosil qiladi:



5.21. Ferrosianid anionining reaksiyalari

Ishqoriy va ishqoriy-yer metallarining ferrosianidlari suvda yaxshi eriydi. Bundan $\text{CaK}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ va $\text{CaKNH}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ mustasno. $\text{H}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ kuchli kislota bo'lib, oq rangli, suvda va spirtida yaxshi eriydi. Quruq holda barqaror, eritmada sekin oksidlanib, berlin lazurini (ko'k) hosil qiladi.

1. Kumush nitrat eritmasining 3-4 tomchisi 2-3 tomchi $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ eritmasiga tomizilsa, oq rangli $\text{Ag}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ cho'kma hosil bo'ladi:



Cho'kma amalda suyultirilgan HNO_3 va ammiakda erimaydi.

2. **Temir (II) sulfat ferrosianid ion bilan oq rangli cho'kma hosil qiladi.**



Cho'kma sekin ko'karib, berlin lazuriga aylanadi.

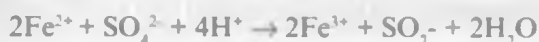
3. **Sulfat kislolaning suyultirilgan eritmasi sovuq sharoitda ferrosianid bilan ta'sirlashmaydi, biroq mo'rili shkaf ostida uzoq qaynatilsa, sianid kislota hosil bo'lishi bilan ta'sirlashadi:**



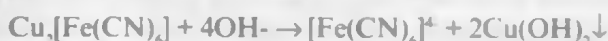
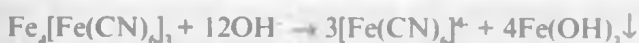
Sulfat kislolaning konsentrlangan eritmasi qizdirganda, barcha ferrosianidlarni parchalaydi:



Reaksiya natijasida hosil bo'layotgan Fe^{2+} ionini sulfat kislota oksidlaydi:



4. **O'yuvchi ishqorlar barcha suvda erimaydigan ferrosianidlarni parchalab, ishqoriy metallarning ferrosianidi va tegishli gidroksidiga aylantiradi:**



5. **Oksidlovchilar ferrosianid ionni kislotali muhitda ferrisianid ionigacha oksidlaydi:**

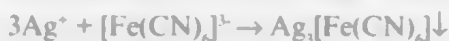


Oksidlovchilar sifatida kaliy permanganatdan tashqari kaliy dixromat, xlor, brom boshqalar olinishi mumkin.

5.22. Ferrisianid anionining reaksiyalari

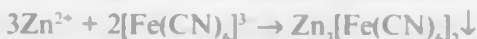
Ishqoriy va ishqoriy-yer metallari va temir (III) ning ferrisianidlari suvda yaxshi eriydi. Boshqa kationlarning ferrisianidlari suvda ham, mineral kislotalarning suyultirilgan eritmalarida ham erimaydi. Kaliy ferrisianidning suvli eritmasi neytral muhitga ega, chunki $\text{H}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ kuchli kislotaadir. U kristall holidagi qo'ng'ir rangli va suvda yaxshi eriydi. Qorong'ida saqlanganda barqaror, yorug'lik ta'sirida parchalanib, sianid kislota hosil qiladi.

1. Kumush nitrat ferrisianid ioni bilan to'q sariq rangli cho'kma hosil qiladi:



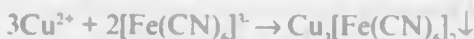
Mazkur cho'kma nitrat kislotada erimaydi, ammiakda esa eriydi va ammiakda erishi bilan $\text{Ag}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ dan farq qiladi.

2. Rux tuzlari ferrisianid ioni bilan sariq rangli cho'kma hosil qiladi:



Bu reaksiyadan foydalanib, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ va $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ ionlarni xlorid, bromid, yodid va rodanid ionlardan ajratish mumkin. Shunday maqsadda xlorid, bromid, yodid va rodanid ionlar bilan cho'kma hosil qilmaydigan kadmiydan foydalanish ham mumkin.

3. Mis (II) tuzlari ta'siridan ferrisianid ioni yashil rangli cho'kma hosil qiladi:



4. Qaytaruvchilar ta'siridan $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ioni $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ ionigacha qaytarilishi mumkin. Bu reaksiyada u oksidlovchilik xossasini namoyon etadi. $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ioni sulfid, sulfit, yodid ionlaridan tashqari oksalat kislotaga, sellulozaga, shakar, ammiak singari moddalarni ham oksidlaydi. Bunday reaksiyalar ishqoriy muhitda oson kechadi:



Reaksiyani bajarish uchun probirkaga 2-3 tomchi MnSO_4 va 2-3 tomchi 2 N NaOH eritmalarini tomizib, hosil bo'lgan $\text{Mn}(\text{OH})_2$ cho'kmaga darhol $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ eritmasidan 3-4 tomchi quyilganda, $\text{MnO}(\text{OH})_2$ hosil bo'ladi. Natijada cho'kmaning rangi to'q qo'ng'irga o'zgaradi.

Bu reaksiya $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ionini $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ ionidan farqlashga imkon beradi. Bunda $\text{Mn}(\text{OH})_2$ ning havo kislorodi bilan oksidlanishi tufayli cho'kma qo'ng'ir rangga kirishi mumkin. Analitik reaksiya natijasi xato bo'lmasligi uchun xolis tajriba o'tkazish tavsiya qilinadi. Buning uchun ikkinchi probirkadagi MnSO_4 eritmasiga NaOH eritmasidan tomizing va hosil bo'lgan cho'kma rangini asosiy reaksiyada hosil bo'lgan cho'kma rangi bilan solishtiring.

5. O'yuvchi ishqorlar va ishqoriy metallarning karbonatlari qaynatganda suvda erimaydigan ferrisianidlarni eritadi:



6. α -Naftilamin kuprat (II) kompleksi ferrisianid ioni bilan binafsha rangli cho'kma hosil qiladi.

Reaksiyani hajarish uchun α -naftilaminning sirka kislotadagi 0.5 % li va $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ning suvdagi 0.05 M eritmalarining teng hajmlari aralashtiriladi. Hosil bo'lgan kompleks birikma eritmasining bir necha tomchisi ferrosianid eritmasining bir necha tomchisi bilan aralashtiriladi.

5.23. Xlorat anionining reaksiyalari

Xlorat kislota kuchli kislota bo'lganligi uchun ishqoriy metallar xloratlarining suvli eritmalari neytral bo'ladi. Barcha xloratlar suvda yaxshi eriydi. Xlorat kislotadan farqli ravishda xloratlar qattiq holda ham, eritmada ham barqaror. Qizdirganda ulardan kislorod ajralib chiqib, oson parchalanadi. Xlorat kislota va uning ioni kislotali muhitda kuchli oksidlovchilik xossasini namoyon etadi:



Xlorat ioni metallar, sulfitlar, oksalatlar va boshqa qaytaruvchilarni oksidlaydi, masalan:



Keltirilgan misollardan ko'rinishicha, xlorat qaytarilganda xlorid hosil bo'ladi.

1. **Suyultirilgan sulfat kislota** ta'siridan xloratlar beqaror xlorit kislota hosil qiladi, xlorit kislota esa xlor va kislorodga parchalanadi. Agar kislotali xlorat eritmasiga bir necha tomchi KJ eritmasi tomizilsa, yod ajraladi:

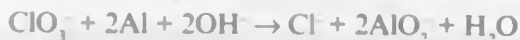
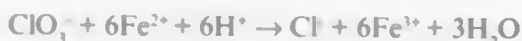


2. **Konsentrlangan sulfat kislota** ta'siridan xloratlar parchalanib, sarg'ish-yashil rangli ClO_2 gazini hosil qiladi:



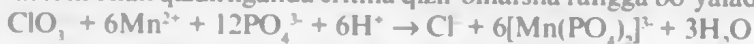
Yuqori haroratda qizdirganda reaksiya portlash bilan kechganligi uchun ehtiyot choralari ko'rib qo'yilgan bo'lishi kerak.

3. **Qaytaruvchilar** (Fe^{2+} , H_2SO_3 , Zn , Al) ta'siridan xloratlar xloridlargacha qaytariladi:



Oxirgi eritmadan xlorid ionini topish orqali ClO_3^- ioni to'g'risida xulosa qilish mumkin.

4. Marganets (II) sulfat fosfat kislotali ($\rho = 1,7 \text{ g/sm}^3$) muhitda xlorat ioni bilan qizdirilganda eritma qizil-binafsha rangga bo'yaladi:



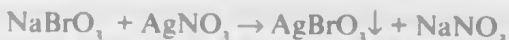
Eritmaga difenilkarbazidning 1 % li spirtidagi eritmasidan bir tomchi qo'shish reaksiyaning sezuvchanligini oshiradi. ClO_3^- ioni bunday reaksiyaga kirishmaydi, biroq BrO_3^- , JO_3^- , JO_4^- , $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$, NO_3^- singari ionlar esa reaksiyaga xalaqit beradi.

5.24. Bromat anionining reaksiyalari

Bromat kislota kuchli kislota bo'lganligi uchun ishqoriy metallar bromatlarining suvli eritmaları neytral muhitga ega. Bromat kislota oson parchalanib, kislorod va vodorod bromidga aylanadi, bromid ioni esa bromgacha oksidlanadi. Qattiq bromid tuzlari va ularning suvli eritmaları barqaror. Bromat ioni kislotali muhitda kuchli oksidlovchilik xossasini namoyon etadi. Ko'pgina organik moddalar bromat ionining bromidlar ta'siridan hosil bo'ladigan brom bilan bromlanishi mumkin, masalan, 8-oksixinolinning bromlanishi natijasida dibromoksixinolin hosil bo'ladi:



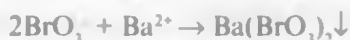
1. Kumush nitratning 3-4 tomchi eritmasi 2-3 tomchi NaBrO_3 eritmasiga tomizilsa, sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi:



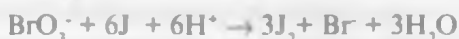
Cho'kma suyultirilgan HNO_3 , H_2SO_4 , NH_4OH va KCN eritmalarida oson eriydi:



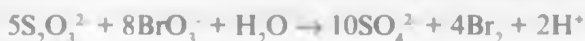
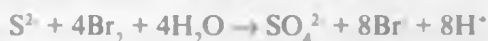
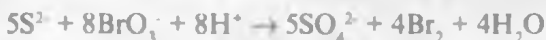
2. Bariy xlorid eritmasining 2-3 tomchisi NaBrO_3 eritmasining 1-2 tomchisiga tomizilganda, suyultirilgan mineral kislotalarda eriydigan oq rangli $\text{Ba}(\text{BrO}_3)_2$ kristall cho'kma tushadi:



3. Bromid va yodid kislotali muhitda bromat ioni ta'siridan oksidlanadi:



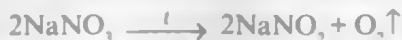
4. Sulfid, sulfit va tiosulfat ionlar kislotali muhitda bromat ioni ta'siridan sulfat iongacha oksidlanadi. Bunda erkin bromning ajralishi tufayli oldin eritma sarg'ayadi, so'ngra ortiqcha qaytaruvchi ta'siridan bu rang yo'qoladi:



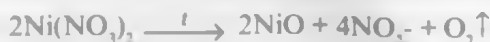
5.25. Nitrat anionining reaksiyalari

Nitrat ioni kuchli mineral kislotalardan biri bo'lgan HNO_3 anioni bo'lib, ko'pchilik tuzlari suvda yaxshi eriydi. Ishqoriy va ishqoriy-yer metallari nitratlarining suvli eritmaları neytral muhitli. Qolgan kationlarning nitratlar bilan hosil qilgan tuzlarining suvli eritmaları kislotali muhitga ega. Nitrat kislotaning rangsiz kationlar bilan hosil qilgan tuzlari rangsiz.

Quruq nitrat tuzlari qattiq qizdirilganda turli mahsulotlar hosil qilib parchalanadi. Kuchlanishlar qatorida magniydan oldinda turgan metallarning nitratlari parchalanganda nitrit va kislorod:



magniydan misgacha bo'lgan metallarning nitratlari parchalanganda metall oksidi, NO_2 va kislorod:



misdan orqada joylashgan metallar nitratlari parchalanganda erkin metall, NO_2 va kislorod ajraladi:



Ammoniy nitrat parchalanganda esa N_2O ajraladi:



Nitrat ioni va nitrat kislota kislotali muhitda kuchli oksidlovchi bo'lib, qariyb barcha metallar va metalmaslarni oksidlab, yuqori oksidlanish darajasigacha oksidlaydi va reaksiyalar natijasida azot turli oksidlanish darajalarigacha qaytariladi. Bunda eritmaning konsentratsiyasi ham muhim ahamiyatga ega.

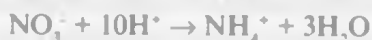
Konsentrlangan eritmalarda:



suyultirilgan eritmalarda:

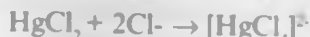
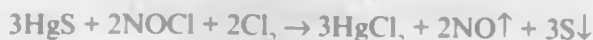
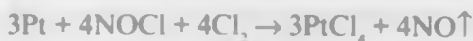


juda suyultirilgan eritmalarda:

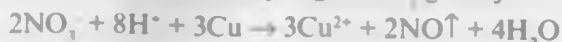


reaksiyalar kechadi.

Nitrat va xlorid kislotalar konsentrlangan eritmalarining 1:3 aralashmasi *zar suvi* deb yuritilib, zar suvi juda kuchli oksidlovchi bo'lganligidan ko'plab erituvchilarda erimaydigan asl metallar, qotishmalar va boshqalarni eritadi. Zar suvining bu xususiyati, bir tomondan, atomar xlor ajratishi, ikkinchi tomondan, nitrozil xlorid hosil qilishi va komplekslashi bilan izohlanishi mumkin:



1. Mis metali konsentrlangan sulfat kislota ishtirokida nitrat tuzi eritmasiga tushirilib qizdirilsa, qo'ng'ir NO , gazi ajraladi:



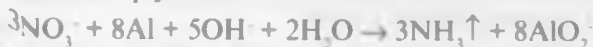


2. **Temir (II) sulfat** kristali soat oynasidagi bir tomchi nitrat tuzi eritmasiga kiritilib, aralashmaga bir tomchi konsentrlangan sulfat kislotasi qo'shiladi. Kristall atrofida qo'ng'ir rangli halqa hosil bo'ladi:



Eritmada J^- , Br^- , CrO_4^{2-} , MnO_4^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, SCN^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_3^{2-} , NO_2^- ionlar bo'lsa, analizga xalaqit beradi.

3. **Alyuminiy yoki rux metallari** ta'siridan ishqoriy muhitda nitrat ion ammiakka aylantiriladi:



Reaksiyani bajarish uchun probirkaga 3-5 tomchi kaliy yoki natriy nitrat eritmasidan tomizib, unga 5-10 tomchi NaOH yoki KOH eritmasi qo'shiladi. So'ngra aralashmaga 20-30 mg rux yoki alyuminiy kukuni yoki 1 dona metall parchasi tashlanadi. Reaksiyani qizdirish bilan tezlatish mumkin. Reaksiya natijasida ajralib chiqayotgan ammiakni lakmus yoki fenolftalein bilan ho'llangan filtr qog'oz yordamida bilib olish mumkin. Lakmus ko'karadi, fenolftalein esa qizaradi. Eritmadagi NH_4^+ ionlari nitratni topishga xalaqit berganligi uchun analizdan oldin ajratilishi kerak.

Rux bilan qaytarish konsentrlangan ishqor, alyuminiy bilan qaytarish suyultirilgan ishqor eritmasi ishtirokida o'tkaziladi. Nitrit, sianid, rodanid, ferrosianid va ferrisianid singari tarkibida azot bo'lgan ionlar analizga xalaqit beradi.

4. **Difenilamin** nitrat ionlari bilan kislotali muhitda oksidlanadi va eritma ko'karadi.

Reaksiyani bajarish uchun astoydil tozalangan va quritilgan soat oynasiga 4-5 tomchi difenilaminning konsentrlangan sulfat kislotadagi eritmasi tomizilib, unga toza shisha tayoqcha uchida tekshiriladigan nitrat eritmasi kiritiladi.

Reaksiya o'tkazishga nitrit, xromat, permanganat, temir (III), ferrisianid singari ionlar xalaqit beradi. Yodid ionlari yodgacha natijasida ko'k rangni niqoblashi mumkin.

5.26. Nitrit anionining reaksiyalari

Nitrit faqat sovuq sharoitda suyultirilgan eritmada qisqa muddat bo'lgan kuchsiz kislotada ($K_a = 5,1 \cdot 10^{-4}$) - HNO_2 ga

tegishlidir. Nitrit kislota tezda nitrit angidrid va suvga parchalanadi:



Nitrit angidrid ham faqat past haroratda barqaror, u uy haroratida darhol parchalanadi:



Nitrit tuzlari nitrit kislotaga nisbatan ancha barqaror bo'lib, suvda yaxshi eriydi (qizdirganda eriydigan kumush nitrit bundan mustasno). Quruq nitritlarning ayrimlari (NaNO_2 , KNO_2) qizdirganda parchalanmay suyuqlanadi, ayrimlari (AgNO_2 , $\text{Ba}(\text{NO}_2)_2$, $\text{Pb}(\text{NO}_2)_2$, NH_4NO_2) esa parchalanib ketadi:



1. Kislotalar nitritlarga ta'sir ettirilganda, nitrit kislota hosil bo'lib, u osongina parchalanadi va qo'ng'ir gaz NO_2 ajralib chiqadi:



2. Kaliy yodid suyultirilgan mineral yoki sirka kislota ishtirokida yodgacha oksidlanadi:



Mineral kislotalarning suyultirilgan eritmalarida yodid ioni boshqa oksidlovchilar ta'siridan ham oksidlangani uchun reaksiyani sirka kislota muhitida o'tkazish maqsadga muvofiq.

3. Kaliy permanganat kislotali muhitda nitrit ioni eritmasiga tomchilab qo'shilib, eritma qizdirilsa, nitritni nitratgacha oksidlaydi va eritma rangsizlanadi:



Reaksiyaga sulfid, sulfit, tiosulfat, oksalat, rodanid, arsenit, ferrosianid, yodid, bromid singari qaytaruvchilar xalaqit beradi.

4. Temir (II) sulfat sirka kislotalaning suyultirilgan eritmasi muhitida nitrit ioni bilan ta'sirlashib, temir (III) gacha oksidlanadi:



Kuchli kislotali muhitda mazkur reaksiyada nitrat ioni ham qatnashadi.

5. Ammoniy xlorid yoki ammoniy sulfat (qattiq) bilan nitrit ioni eritmasi sekin qizdirilsa, hosil bo'lgan ammoniy nitrit parchalanib ketadi:



Shunday reaksiyaga kislotali muhitda mochevina ham kirishadi:



6. Kaliy geksanitritokobaltat (III) ning hosil bo'lishi. Probirkaga 4-5 tomchi nitrit eritmasi, 3-5 tomchi $\text{Co}(\text{NO}_2)_2$ eritmasi, 2-3 tomchi suyultirilgan sirka kislota eritmasi va 3 tomchi KCl eritmasi kiritisa, sariq rangli $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ kompleksi hosil bo'ladi:



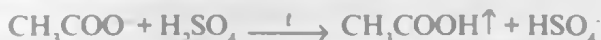
7. Sulfanil kislota va α -naftilamin (*Griss-Ilosvay reaktivi*) nitrit ioni bilan ta'sirlashganda qizil rangli azobo'yoq hosil bo'ladi.

Reaksiyani bajarish uchun bir tomchi nitritning soat oynasidagi neytral eritmasiga bir tomchidan sulfanil kislota va α -naftilamin eritmalari tomiziladi. Ushbu reaksiya juda seziluvchan reaksiyadir.

5.27. Atsetat anionining reaksiyalari

Ko'pchilik atsetatlar suvda yaxshi eriydi, ishqoriy va ishqoriy-yer metallari atsetatlarining eritmalari ishqoriy muhitga ega. Kumush va simobning atsetatlari suvda kam eriydi.

1. Sulfat kislota atsetatlarga ta'sir etganda sirka kislota hosil bo'ladi. Qizdirilganda uchib chiqayotgan sirka kislotani hididan bilib olish mumkin:



2. Etil yoki amil spirt konsentrlangan sulfat kislota ishtirokida atsetatlarga ta'sir ettirilganda etilatsetat hosil bo'ladi:



Reaksiyani bajarish uchun atsetat eritmasining bir necha tomchisiga, yaxshisi, bir necha kristaliga 3-4 tomchi konsentrlangan H_2SO_4 va 3-4 tomchi etil spirt qo'shib, aralashma 1-2 daqiqa davomida suv hammomida qizdiriladi.

Ajralib chiqayotgan etilatsetat yoki amilatsetat (nok hidi) yoqimli hididan bilib olinishi mumkin.

5.28. Birinchi analitik gruppada anionlari aralashmasining analizi

Anionlar aralashmasining analizi kamdan-kam hollarda sistematik analiz sxemasiga asosan bajariladi. Buning qator sabablari bor. Ulardan biri turli tabiiy va sanoat obyektlaridagi anionlar soni ko'pincha cheklangan bo'ladi. Shuning uchun ham anionlar analizi eritmani bo'lib-bo'lib tekshirish usuli yordamida bajariladi. Biroq ayrim hollarda sistematik analiz sxemasi anionlarni gruppalar va gruppachalarga bo'lishda ishlatiladi. Barcha hollarda ham analizni taxminiy sinashlardan boshlash maqsadga muvofiq, bunda ayrim ionlarning ishtiroki aniqlangandan so'ng analiz sxemasi soddalashishi mumkin. Shuni unutmaslik kerakki, kaliy, natriy va ammoniydan ko'pchilik kationlar qator anionlar bilan cho'kmalar hosil qilganligi uchun analizni qiyinlashtiradi. Shuning uchun ham boshqa kationlar natriy karbonat bilan qaynatib eritmadan yo'qotilishi kerak. Anionlar aralashmasida oksidlovchi va qaytaruvchi xossalarini namoyon qiladigan anionlar ham bo'lishi mumkin. Ular analizni juda murakkablashtirib yuboradi. Bunday anionlarning o'zaro ta'sirlashishi oqibatida bir ko'rinishdagi anion boshqa ko'rinishga o'tib qolishi mumkin.

Ushbu darslikda tabiiy va ayrim ishlab chiqarish obyektlarida ko'p uchraydigan anionlar aralashmalarini analiz qilish tartiblari bayon qilingan. Anionlar aralashmasining analizini quyidagi ketma-ketlik asosida amalga oshirish maqsadga muvofiq.

Taxminiy sinashlar.

1. Eritma pH qiymatini aniqlash. Tekshiriladigan eritmaning kislotali muhiti unda erkin kislotalarning mavjudligidan dalolat beradi. Erkin kislotalar tekshiriladigan eritmaga qo'shilgan bo'lishi yoki tuzlarning gidrolizi mahsuloti bo'lishi mumkin. Agar $\text{pH} \leq 2$ bo'lsa, eritmada NO_2^- kabi uchuvchan va beqaror kislotalar anionlari bo'lmaydi. Bunday sharoitda bir vaqtning o'zida oksidlovchi va qaytaruvchilar bo'lishi ham mumkin emas, ya'ni, kislotali muhitda J-NO_2^- , J-ClO_4^- , J-JO_3^- , J-AsO_4^{3-} , NO_3^- - ClO_4^- anionlar juftliklari eritmada mavjud bo'lolmaydi. Agar eritmaning muhiti ishqoriy

bo'lsa, unda erkin ishqorlar bo'ladi, ular eritmaga qo'shilgan yoki kuchli asos kationi va kuchsiz kislota anionidan hosil bo'lgan tuzlarning gidrolizlanishidan hosil bo'lgan bo'lishi mumkin. Neytral muhit erkin kislota va ishqorlarning yo'qligidan dalolat beradi.

2. Gazlar ajralishini tekshirish. Tekshiriladigan eritmaning bir necha tomchisi yoki qattiq namunasining bir necha kristallariga 2 N H_2SO_4 eritmasidan bir necha tomchi qo'shib, probirka sekin chayqatilganda nitrit anioni bo'lganda, NO_2 gazi ajralib chiqadi. Agar gaz ajralishi sezilarli bo'lmasa, aralashmani sekin qizdirib ko'rish kerak. Qizdirganda gaz ajralib chiqishi kuzatilishi mumkin. Agar gaz ajralishi kuzatilsa, uning qaysi gazligini topish muhim. NO_2 qo'ng'ir rangli gaz bo'lib, KJ eritmasidan o'tkazilsa, erkin yodning ajralishiga olib keladi.

3. Xloridlar gruppasi anionlari borligini tekshirish. Tekshiriladigan eritmaning 2-3 tomchisi $AgNO_3$ eritmasidan 3-4 tomchi qo'shganda cho'kma hosil bo'lsa, unga bir necha tomchi HNO_3 eritmasi tomiziladi. $AgCl$, $AgBr$, AgJ , $AgJO_3$, $AgSCN$, Ag_3S cho'kmalari HNO_3 eritmasida erimaydi. Cho'kmaning rangi muhim ahamiyatga ega. Agar cho'kma oq bo'lsa, unda yodid va sulfid ionlari bo'lmaydi. Xloridlar gruppasi anionlarining borligini $Pb(CH_3COO)_2$ bilan, (2.17-jadval), sulfid ionining borligini $NiSO_4$ eritmasi yordamida tekshirib ko'riladi (NiS - qora rangli).

4. Ayrim oksidlovchi va qaytaruvchi anionlarning birga bo'lishini tekshirish. Eritmaga sirka kislota qo'shib, muhitni kislotali qilganda nitrit va yodid, yodat va yodid juftliklarining o'zaro ta'sirlashishi natijasida erkin yod hosil bo'ladi. Agar ushbu tajriba natijasida yod ajralmasa, eritmaga 2 N HCl eritmasi qo'shib, muhitni kislotali qilish mumkin. Bunda yodid va xlorat, yodid va arsenat bo'lganda erkin yod chiqadi. Agar eritma loyqalansa, tiosulfat borligi haqida xulosa qilinadi.

5. Qaytaruvchi anionlarni tekshirish. 3-4 tomchi tekshiriladigan eritmaga 1-2 tomchi H_2SO_4 va 1-2 tomchi 0,01 N $KMnO_4$ tomizilganda eritma rangsizlansa, NO_3^- , J^- , Br^- va Cl^- kabi qaytaruvchi anionlar borligini taxmin qilinadi. Reaksiyani ishqoriy muhitda o'tkazganda J^- , SCN^- va boshqa anionlar borligini topiladi. Bunda mazkur anionlarning borligini hosil bo'ladigan qo'ng'ir rangli - $MnO(OH)_2$ cho'kmasi ko'rsatadi. Reaksiyaning aniqligini oshirish uchun aralashma 1-2 daqiqqa qizdiriladi.

6. Oksidlovchi anionlarni tekshirish. Tekshirilayotgan eritma H_2SO_4 yoki CH_3COOH yordamida kislotali muhitga keltirilib, uning 2-3 tomchisiga 1-2 tomchi KJ eritmasi va kraxmal kleysteri qo'shiladi. Yod ajralib kraxmal kleysteri ko'karsa, oksidlovchi anionlar borligi ma'lum bo'ladi.

7. NO_3^- , NO_2^- , S^{2-} va CH_3COO^- ionlari borligini tekshirish uchun eritmaga suyultirilgan va konsentrlangan sulfat kislota eritmalari ta'sir ettiriladi va aralashmalar qizdiriladi. Agar NO_3^- , H_2S chiqsa, eritmada NO_3^- , NO_2^- , S^{2-} ionlari bo'ladi. Ularni tegishli reaksiyalar yordamida topish mumkin. Sirka kislota hidi kelsa, CH_3COO^- ning borligi haqida xulosa qilinadi.

8. $[Fe(CN)_6]^{4-}$ va $[Fe(CN)_6]^{3-}$ ionlarni topish uchun eritmaning ayrim ulushlariga Fe^{3+} va Fe^{2+} ta'sir ettiriladi (5.22 va 5.23).

2. Moddani analizga tayyorlash. Tekshiriladigan modda eritma bo'lsa, u analizga tayyor hisoblanadi. Agar u qattiq yoki cho'kmasi bo'lgan eritma bo'lsa, uni analizga tayyorlash talab etiladi. Qattiq moddaning suvda eruvchanligi tekshirib ko'riladi. Agar u suvda erisa, uning eritmasi hosil qilinadi. Agar modda suvda qisman erisa, uning suvda eruvchan qismi eritma holida qolgan qismidan ajratiladi (cho'kmali eritma bo'lganda ham shunday qilinadi). Og'ir metallar ionlarini ajratishda aralashmaga Na_2CO_3 ning 2 N eritmasidan qo'shib, aralashma qaynaguncha qizdiriladi. Agar bunda ammiak hidi kelsa, qizdirish ammoniy tuzlari to'liq parchalanib ketmaguncha davom ettiriladi. Cho'kkan karbonat, oksikarbonat, gidroksid va oksidlar filtrlab yoki sentrifugalab ajratiladi. Bu amal natijasida natriy va kaliy kationlari tuzlari hamda amfoterlik natijasida anionlar shakliga o'tgan kationlargina (Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Zn^{2+} , As^{3+} , As^{5+} va boshqa) qoladi. Alyuminiy, xrom, rux, qalay kabi kationlar birikmalarini olingan eritmani neytrallab (aniq) cho'ktirish mumkin. Organik oksibirikmalar ishtirokida temir, kobalt, xrom va mis kabi ionlar ishqor-karbonat eritmasiga o'tadi. Shu sababli eritmada nitrat ion borligi tekshirilgandan keyin aralashmaga nitrat kislota ta'sir ettirib, organik oksibirikmalarni parchalab yuborish kerak bo'ladi.

3. Eritmadagi anionlarni yarimsistematik analiz qilish. Taxminiy sinash amallari tugagandan so'ng yarimsistematik analizga o'tiladi. Bunda taxminiy sinash reaksiyalari natijalari analizning sxemalarini tanlashga yordam beradi.

1. Sulfid ionini topish va ajratish. Taxminiy sinash davomida tekshiriladigan eritmada sulfid ion borligi aniqlangan bo'lsa,

eritmaning bir qismini sirka kislota eritmasi bilan neytrallab, mo'l NiSO_4 eritmasi yordamida sulfid ionni cho'ktiring. Qora cho'kma (NiS) tarkibida yashil rangli $\text{Ni}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ va sariq qo'ng'ir rangli $\text{Ni}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$ cho'kmalari ham bo'lishi mumkin. Qora cho'kma bo'lgan eritmani undagi cho'kma va eritma to'liq ajralmaguncha qizdirib turing. Eritmaga ozgina natriy atsetat qo'shish koagulyatsiyani tezlashtiradi. Sulfid ionning borligini 5.30. reaksiyalar yordamida aniq tekshirib ko'ring. Sulfidli cho'kmani (1-cho'kma) sentrifugalab ajrating va suyultirilgan natriy atsetat eritmasi bilan yuving. Eritmada xlorid, bromid, yodid, nitrat, nitrit, atsetat kabi ionlar va (sulfat ion) (1-eritma) bo'ladi.

2. Xlorid ionni gruppachasi anionlarini ajratish. Agar taxminiy sinash reaksiyalarida (4-band) cho'kma hosil bo'lgan bo'lsa, tekshiriladigan eritmada xlorid gruppachasi kationlari mavjud bo'ladi. Ularni qolgan boshqa kationlardan ajratish uchun 1-eritma nitrat kislota bilan neytrallanadi va unga yetarli miqdorda AgNO_3 eritmasi qo'shiladi. Aralashma qaynatiladi va qaynatish cho'kma to'liq koagullanib eritmada ajralmaguncha davom ettiriladi. Bunda NO_3^- ion NO_3^- va NO gacha parchalanadi. AgNO_3 ning ortiqchasi xavfli. Tushgan cho'kmaning to'la cho'kishi tekshiriladi (4-bandda cho'kma tushmagan bo'lsa, eritmada xlorid gruppachasi anionlari yo'q degan xulosa qilinib, bu amal bajarilmaydi). To'la cho'kish tekshirilgandan so'ng, cho'kma - AgCl , AgBr , AgI va boshqalar (2-cho'kma) sentrifugalab, eritmada - NO_3^- , CH_3COO^- va boshqalar (2-eritma) ajratiladi va yuviladi.

3. Xlorid gruppachasi anionlarining analizi uning tarkibida qanday anionlar bo'lishiga qarab turlicha tekshiriladi.

1. Yodid ionni ajratish va topish uchun 2-cho'kmani ammiak va ammoniy sulfid aralashmasi bilan ishlang. Natijada Ag_2S , AgI , $\text{Ag}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, AgCN cho'kmaga (3-cho'kma) tushadi. Eritmada Cl^- , Br^- , SCN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, (S^{2-} , NH_4^+ , NH_3) ionlari (3-eritma) qoladi.

2. $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ionini cho'ktirish uchun 3-eritmaga sirka kislota qo'shib kislotali muhit hosil qilingandan so'ng unga $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ eritmasi qo'shiladi. Natijada $\text{Ni}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$ (4-cho'kma) cho'kadi. Eritmada Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- qoladi (4-eritma).

3. Rodanid ionini topish uchun 4-eritmaning bir qismiga xlorid kislota qo'shib, kompleksni parchalagandan so'ng (kislotali muhit) H_2S ni to'liq chiqarib yuborguncha qaynating va so'ngra unga Fe^{3+} eritmasidan qo'shing, rodanid ion ishtirokida eritma qizil-qon rangiga bo'yaladi. 4-eritmaning ikkinchi qismiga nitrat kislota qo'shib, kislotali

muhitga keltiring va suv hammomida H_2S to'liq chiqib ketguniga qadar qizdiring. Eritmaga bir necha tomchi $AgNO_3$ va konsentrlangan HNO_3 eritmaları qo'shib, rodanid ion to'liq oksidlanishi uchun qizdiring. Bunda cho'kmaga $AgCl$, $AgBr$ (5-cho'kma) tushadi, eritmada (5-eritma) esa tekshirilmaydigan ionlar qoladi.

4. Xlorid ionini ajratish va topish uchun filtr qog'oziga o'tkazilgan 5-cho'kma 10-15 % li NH_4HCO_3 va $(NH_4)_2CO_3$ aralashmasi bilan yuviladi. Bunda $AgCl$ ammiakat kompleksi shaklida eritmaga (6-eritma) o'tadi. $AgBr$ (6-cho'kma) filtrda qoladi. Xlorid ionini topishda eritmaga nitrat kislota eritmasi tomchilab qo'shiladi. Agar cho'kma tushsa, xlorid bor deb xulosa qilinishi mumkin. Aniq xulosa qilish uchun 6-eritma 5.16 reaksiyalar yordamida tekshiriladi.

5. Bromid ionni ajratish va topish uchun 6-cho'kma 25 % li ammiak eritmasi bilan ishlanadi. Bunda $AgBr$ ammiakat kompleksi shakliga (7-eritma) o'tadi. Nitrat kislota bilan 7-eritmadagi ammiakat kompleksi parchalanganda, bromid ishtirokida sarg'ish cho'kma tushadi. Aniq xulosa 5.17 reaksiyalar asosida qilinadi.

6. Sianid ionini topish uchun 3-cho'kmaga mo'l $Na_2S_2O_3$ eritmasi qo'shib, $AgCN$ eritiladi va 5.19 reaksiyalar yordamida tekshiriladi.

2. Ikkinchi gruppacha anionlari aralashmasining analizi 2-eritmadan o'tkaziladi.

1. NO_3^- ionini topish uchun 2-eritmaning bir qismiga kislotali muhitda KJ yoki $KMnO_4$ ta'sir ettiriladi (5.29).

2. NO_3^- ionini topish uchun 2-eritmaning ikkinchi qismini xlorid kislota bilan kislotali muhitga keltiring va unga mochevina qo'shib, qaynaguncha va NO_3^- ion to'liq parchalanib ketmaguncha qaynatishni davom ettiring. Azot gazining ajralmayotganligi nitrit ionning to'liq parchalanganini ko'rsatadi. Mochevina o'rniga ammoniy xlorid va ammoniy sulfat ishlatish ham mumkin.

3. CH_3COO^- ionini topish uchun 2-eritmaning boshqa ulushiga 5-10 tomchi amil spirt yoki etil spirt hamda 2-3 tomchi konsentrlangan sulfat kislota qo'shib, sekin qizdiring. Amilatsetat yoki etilatsetatning xushbo'y hidi atsetat ion borligini ko'rsatadi.

Ayrim birinchi analitik gruppacha anionlari aralashmasining analiz sxemasi 5.7-jadvalda keltirilgan.

Birinchi gruppada ayrim anionlari aralashmasi analizining sxemasi

Amal	Reagent	Ionlar	
1-namuna S^{2-} ionni ajratish va topish	$NiSO_4$	1-cho'kma NiS	1-eritma $Cl, Br, J, NO_3^-, NO_2^-,$ CH_3COO^-
Cl, Br, J ionlarni ajratish	$HNO_3 + AgNO_3$	2-cho'kma $AgCl, AgBr, AgJ$	2-eritma $NO_3^-, NO_2^-,$ CH_3COO^-
Cl ni topish	$(NH_4)_2CO_3 +$ $+NH_4HCO_3$	3-cho'kma $AgBr + AgJ$	3-eritma $[Ag(NH_3)_2]^+ +$ Cl^-
Br va J ionlarni topish	NH_4OH	4-cho'kma AgJ	4-eritma $[Ag(NH_3)_2]^+ + Br^-$
2-namuna $NO_3^-, NO_2^-,$ CH_3COO^- ni ajratish	Ag_2SO_4	5-cho'kma $AgCl, AgBr, AgJ,$ Ag_2S	5-eritma $NO_3^-, NO_2^-,$ $CH_3COO^-,$ (SO_4^{2-}, OH^-, Ag^+)
Ortiqcha Ag^+ ni cho'ktirish	$NaOH$	6-cho'kma Ag_2O	6-eritma $NO_3^-, NO_2^-, CH_3COO^-,$ (SO_4^{2-}, OH^-)
NO_3^- ni topish	a) $CH_3COOH + KJ$ b) $H_2SO_4 + KMnO_4$		A) J_2 ajraladi B) MnO_4^-, Mn^{2+} rangsizlanish
NO_2^- ni parchalash	$CO(NH_2)_2 + HCl$	$N_2 \uparrow$	7-eritma NO_3^-, CH_3COO^-
NO_3^- ni topish	$NaOH + Zn$	$NH_3 \uparrow$	8-eritma CH_3COO^-
CH_3COO^- ni topish	$C_2H_5OH + H_2SO_4$	$CH_3COOC_2H_5$	

VI BOB

6. IKKINCHI ANALITIK GRUPPA ANIONLARINING REAKSIYALARI

Ikkinchi analitik gruppaga anionlariga F^- , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , $Cr_2O_7^{2-}$, AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , BO_3^{3-} , BO_2^- , SiO_3^{2-} , $C_2O_4^{2-}$, VO_3^- , MoO_4^{2-} , WO_4^{2-} , GeO_3^{2-} , JO_3^- , JO_4^- , $C_4H_4O_6^{2-}$, SiF_6^{2-} , SeO_3^{2-} , SeO_4^{2-} , TeO_3^{2-} va TeO_4^{2-} ionlar kiradi. Bu anionlar bariyning eruvchan tuzlari ta'siridan cho'kadi. $BaSO_4$ va $BaSiF_6$ dan tashqari barcha cho'kmalar sirka, xlorid va nitrat kislotalarda eriydi. Ikkinchi gruppaga anionlarining ishqoriy metallar bilan hosil qilgan birikmalaridan tashqari ko'pchilik tuzlari ham erimaydi.

Ikkinchi gruppaga anionlari turli reagentlarga bo'lgan munosabatiga ko'ra quyidagi uch gruppaga bo'linadi:

1) magniyli tuzlari suvda erimaydigan anionlar: F^- , CO_3^{2-} , $C_2O_4^{2-}$, PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} , AsO_3^{3-} ;

2) bariyli tuzlari mineral kislotalarda erimaydigan anionlar: SO_4^{2-} , SiF_6^{2-} ;

3) magniyli tuzlari suvda, bariyli tuzlari esa mineral kislotalarda eriydigan anionlar: SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , $Cr_2O_7^{2-}$, AsO_4^{3-} , BO_3^{3-} , BO_2^- , VO_3^- , MoO_4^{2-} , WO_4^{2-} , JO_3^- , JO_4^- , $C_4H_4O_6^{2-}$, SeO_3^{2-} , SeO_4^{2-} , TeO_3^{2-} va TeO_4^{2-} .

Volfraam, molibden va vanadiyning eng ko'p tarqalgan birikmalari ularning yuqori oksidlanish darajalariga to'g'ri keladi va ular ammoniy sulfid ta'siridan cho'kmasdan tiotuzlar - WS_4^{2-} , MoS_4^{2-} , VS_4^{2-} hosil qiladi. Bu tiotuzlar o'z xossalari ko'ra mishyak, surma va qalay tiotuzlarini eslatadi. Kislotalar ta'siridan bu tiotuzlar parchalanib, tegishli sulfidlarga - WS_2 , MoS_2 , VS_2 aylanadi. Bu sulfidlar ammoniy sulfidga eriydi. Ularni bu xossalari ko'ra kationlarga kiritish kerakday tuyuladi, biroq kislotali muhitda vodorod sulfid ta'siridan WS_2 va VS_2 mutlaqo cho'kmaydi, MoS_2 esa qisman cho'kadi. Shuning uchun ham ularni kationlar gruppalariga kiritish maqsadga muvofiq emas.

II analitik gruppaga anionlarining Ag^+ ioni bilan hosil qilgan tuzlari esa suyultirilgan kislotalarda va ba'zilar (Ag_2SO_4 , AgF) hatto suvda ham eriydi. Bu gruppaga anionlaridan AsO_4^{3-} , AsO_3^{3-} ionlarning reaksiyalari 2.1.4.6 bandda ko'rib chiqilgan edi. Shuning uchun bu anionlar analiziga to'xtalmasdan, qolgan ko'p tarqalgan II analitik gruppaga anionlarining xususiy reaksiyalarini ko'rib chiqamiz.

6.1. Sulfat anionining reaksiyalari

Sulfat ioni bilan ko'pchilik kationlar hosil qilgan tuzlar suvda yaxshi eriydi. BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , PbSO_4 , Hg_2SO_4 tuzlar suvda kam eriydi. Ko'pchilik sulfatlar rangsiz, kuchsiz asoslar kationlarining eruvchan sulfatlari suvda kislotali muhitga ega.

1. Qo'rg'oshin nitrat - $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ SO_4^{2-} bilan $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ va NaOH da eriydigan oq cho'kma - PbSO_4 hosil qiladi:



PbSO_4 cho'kmasi konsentrlangan H_2SO_4 da $\text{Pb}(\text{NSO}_4)_2$ hosil qilib eriydi:



2. Kumush nitratning 3-4 tomchi eritmasiga konsentrlangan H_2SO_4 dan 4-5 tomchi qo'shilsa, oq rangli Ag_2SO_4 cho'kadi:

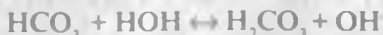


Ag_2SO_4 suvda oz bo'lsa-da eriganligi sababli, uni suyultirilgan H_2SO_4 ta'siridan cho'ktirib bo'lmaydi.

3. Bariy karbonat - BaCO_3 suv hammomida sulfat ioni bilan qizdirilganda almashinish reaksiyasi tufayli bariy sulfat hosil bo'ladi:



Reaksiyani hajarish uchun tigelga neytral tekshiriladigan eritmadan 2-3 tomchi va kimyoviy toza BaCO_3 suspenziyasidan 3-4 tomchi solib, suv hammomida quruq qoldiqqacha bug'latiladi. Quruq qoldiqqa bir tomchi fenolftalein eritmasi tomizilganda, qizil rang paydo bo'ladi. Indikator rangining o'zgarishi erkin shaklga o'tgan karbonat ionning gidrolizi bilan tushuntiriladi:



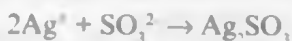
4. Bariy sulfatning kaliy permanganatni adsorbilashi natijasida cho'kma to'q binafsha-qizil rangga kiradi. Agar shu aralashmaga H_2O_2 qo'shilsa, eritma rangsizlanib, cho'kma rangsizlanmaydi.

Reaksiyani hajarish uchun probirkaga sirka bilan kislotali muhitga keltirilgan tekshiriladigan eritmadan bir tomchi va bir tomchidan kaliy permanganat va bariy nitrat eritmalari qo'shiladi.

Natijada hosil bo'lgan BaSO_4 cho'kmasi kaliy permanganatni adsorbilashi natijasida cho'kma to'q binafsha-qizil rangga kiradi. Cho'kmani eritmadan sentrifugalab ajratib, unga 1-2 tomchi H_2O_2 tomizilsa, cho'kma rangsizlanmaydi. Eritmada qolgan permanganat esa rangsizlanadi. BaSiF_6 cho'kmasi ham kislotali muhitda hosil bo'lsa-da, kaliy permanganatni adsorbilamaydi.

6.2. Sulfit anionining reaksiyalari

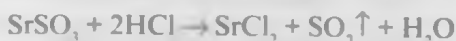
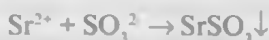
SO_3^{2-} anioni kuchsiz sulfit kislotaga ($K_{a1}=1,7 \cdot 10^{-2}$; $K_{a2}=6,2 \cdot 10^{-8}$) tegishli bo'lib, bu kislota faqat suvdagina ma'lum. Sulfit kislota va sulfit tuzlari rangsiz va beqaror bo'lib, suvdagi eritmalarida SO_4^{2-} ionigacha oson oksidlanadi. Sulfitning oksidlanishi kislotali, ishqoriy va neytral muhitlarda kechishi mumkin. Ko'pchilik sulfitlar suvda erimaydi, ishqoriy metallar, ammoniy va magniy sulfitlari suvda eriydi. Suvdagi eritmalarda ular ishqoriy ($\text{pH} \approx 9$) muhitga ega. Ularning nordon tuzlari kuchsiz kislotali ($\text{pH} \approx 4-5$) muhitli. Sulfitlar komplekslar hosil qilishi mumkin:



1. Bariy xlorid sulfit ion bilan kislotalarda eriydigan oq BaSO_3 cho'kma hosil qiladi:



2. Stronsiy xlorid sulfit ion bilan kislotalarda eriydigan oq SrSO_3 cho'kma hosil qiladi:



Cho'kmaning SrSO_3 ekanligiga ishonch hosil qilish uchun, uni 2-3 marta 0,5 ml distillangan suv bilan yuvib, 2 N HCl ning 2-3 tomchi eritmasida eriting. Hosil qilingan eritmaga 2-3 tomchi vodorod peroksid yoki xlorli suv eritmasi qo'shilganda, kislotalarda erimaydigan SrSO_4 cho'kma hosil bo'ladi. Shunday sharoitda tiosulfat ion stronsiy bilan cho'kma hosil qilmaydi, shuning uchun ham bu reaksiya sulfit ionni tiosulfat iondan ajratish uchun ishlatilishi mumkin.

3. Kumush nitrat sulfitlar bilan ta'sirlashganda oq rangli cho'kma hosil qiladi. Eritmada oldin ortiqcha sulfid ion ishtirokida kompleks ion hosil bo'lib, so'ngra oq cho'kma tushadi:



Cho'kma NNO_3 va NH_4OH da eriydi. Agar kompleks birikma eritmasi qaynatilsa, Ag metali ajraladi:



4. Mineral kislotalar suvda eriydigan va erimaydigan barcha sulfidlarni parchalab, sulfid anhidrid hosil qiladi:



Ajralib chiqayotgan SO_2 ni topish uchun uning yodni yoki kaliy permanganat eritmasini rangsizlantirishidan foydalaniladi:



Reaksiyani bajarish uchun og'zi tiqin bilan bilan berkitiladigan simon ikki tirsakli idishning bir tirsagiga kraxmal eritmasi qo'shib ko'kartirilgan, juda suyultirilgan yod eritmasi, ikkinchisiga bir necha tomchi sulfid eritmasidan solib, unga xlorid yoki sulfat kislota eritmasidan qo'shing. Asbobni tiqin bilan darhol yopib, yod eritmasi rangining yo'qolishini kuzatiladi. Reaksiyani tezlashtirish uchun sulfidli tirsakni sekin qizdirish mumkin. Bunday idish bo'lmasa, ikkita probirka olib, ularning og'zini nay o'tkazilgan tiqinlar bilan berkiting. Tiqinlardagi naylarni shlang yordamida bir-biriga ulang. Birinchi probirkaga kraxmalli yod eritmasidan solib, tiqinni yoping. Ikkinchi probirkaga sulfid va kislota eritmalari solib, tiqinni berkiting.

5. Oksidlovchilar ta'siridan sulfid ion qaytarilib, oksidlovchi rangsizlanadi. Masalan, KMnO_4 kislotali muhitda:



ishqoriy muhitda:



ta'sirlashadi. Yod esa



ta'sirlashadi.

Reaksiyani bajarish uchun sulfid eritmasining 3-4 tomchi eritmasiga 1-2 tomchi H_2SO_4 qo'shib, kislotali muhitga keltiriladi va unga J_2 yoki KMnO_4 eritmasidan 2-3 tomchi qo'shilganda, eritma rangsizlanadi.

6. Qaytaruvchilar sulfid ionni turli oksidlanish darajasigacha qaytarishi mumkin.

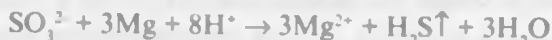
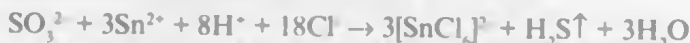
1. Sulfidlar sulfidlarni kislotali muhitda oltingugurtgacha qaytaradi:



2. Rux metali kislotali muhitda sulfidni vodorod sulfidgacha qaytaradi, vodorod sulfid qo'rg'oshin atsetat (5.20) eritmasi yordamida aniqlanadi:



Bu qaytaruvchilardan tashqari qalay (II) tuzlari, magniy va boshqalar ishlatilishi mumkin:



7. Natriy nitroprussid neytral muhitda sulfid ion eritmasini pushti-qizil rangga bo'yaydi. Rux atsetat va kaliy ferrosianid eritmalari ishtirokida eritmaning rangi kuchayib qizilga aylanadi. Kislotalar eritmani rangsizlantiradi, shuning uchun reaksiyani o'tkazishdan oldin eritma neytrallanishi kerak.

Reaksiyani bajarish uchun chinni plastinkaga 1 tomchidan rux atsetatning konsentrlangan eritmasi, kaliy geksatsianoferrat (II) eritmasi va natriy nitroprussid eritmasini tomizganda, oq rangli rux geksatsianoferrat (II) cho'kma hosil bo'ladi. Shu cho'kmaga neytral sulfid eritmasi qo'shilsa, cho'kma qizil rangga kiradi.

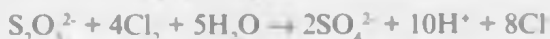
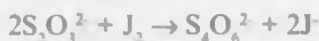
6.3. Tiosulfat anionining reaksiyalari

Tiosulfat $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ tiosulfat ion $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$ kislotaning anioni bo'lib, bu kislota sulfid kislota ko'ra ancha barqaror, u erkin holatda ajratib olinganda, parchalanib SO_2 , S va H_2O hosil qiladi:



Tiosulfat kislotaning tuzlari esa ancha barqaror bo'lib, kuchli qaytaruvchilardir. Tiosulfat ion oltingugurtning turli oksidlanish

darajalarigacha oksidlanishi mumkin. Bu ta'sir qiladigan oksidlovchining tabiatiga bog'liq:



Ishqoriy metallar, stronsiy, rux, kadmiy, nikel, kobalt, manganets va temir (II) ionlardan tashkil topgan tiosulfatlar suvda yaxshi eriydi. Tiosulfat kislota ($K_{a1}=2,5 \cdot 10^{-4}$; $K_{a2}=1,9 \cdot 10^{-7}$) ancha kuchli kislota bo'lganligi uchun tiosulfat tuzlarining eritmaları neytralga yaqindir.

Tiosulfat ioni kompleks hosil qilish reaksiyalariga ham kirishadi.

1. Bariy xlorid $Ba \downarrow Cl_2$ dan tiosulfat eritmasiga mo'l miqdorda qo'shib, probirka devori shisha tayoqcha bilan ishqalansa, oq rangli cho'kma hosil qiladi:



Cho'kmaga 5-10 tomchi suv qo'shib qaynatilganda yoki mineral kislotalar ta'sir ettirganda erishini kuzatish mumkin.

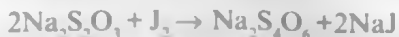
2. Kumush nitrat tiosulfat eritmasiga qo'shilganda oldin $[AgS_2O_3]^-$ va $[Ag(S_2O_3)_2]^{3-}$ kompleks ionlar, keyin mo'l miqdorda qo'shilganda, tez sarg'ayadigan oq cho'kma tushadi, so'ngra u qo'ng'ir tusga aylanadi va oxirida kumush sulfidga aylanish sababli qora rangga kiradi:



$Ag_2S_2O_3$ cho'kma ham mo'l tiosulfat eritmasida $[AgS_2O_3]^-$ va $[Ag(S_2O_3)_2]^{3-}$ kompleks ionlar hosil qilib eriydi.

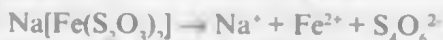
3. Mineral kislotalar tiosulfat tuzlari eritmalariga ta'sir ettirilganda hosil bo'ladigan tiosulfat kislota SO_3 va S hosil qilib parchalanadi. Eritmaning loyqalanishi oltingugurt ajralib chiqayotganligini ko'rsatadi. Reaksiyaning tezligi tiosulfat ionning konsentratsiyasi va haroratning ko'tarilishi bilan ortadi. Sulfit ionning shunday reaksiyasida faqat gaz ajraladi, shuning uchun ham ushbu reaksiya sulfit ion ishtirokida tiosulfat ionni topishga imkon beradi.

4. Yod eritmasi tiosulfat eritmaları $S_2O_3^{2-}$ bilan ta'sirlashganda qaytarilib rangsizlanadi, tiosulfat ion esa tetrationsat iongacha oksidlanadi.



Mazkur reaksiya miqdor analizda yod, yodid va tiosulfat va ularning reaksiyalari bilan bog'liq moddalarni aniqlashda ishlatiladi.

5. Temir (III) xlorid eritmasidan 5-6 tomchisi shuncha miqdor $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ eritmasiga qo'shilganda, kompleks birikma hosil bo'lishi natijasida eritma to'q binafsha rangga kiradi. Qisqa vaqt ichida Fe^{3+} ning Fe^{2+} gacha qaytarilishi eritmaning rangsizlanishiga olib keladi:



Mis (II) ion reaksiyaga katalitik ta'sir etib, tezlikni shuncha oshiradiki, to'q binafsha rangning paydo bo'lishi salgina seziladi.

6. Kaliy permanganat kislotali muhitda tiosulfatni oksidlab, o'zi Mn^{2+} (eritmaning rangsizlanishi) gacha, ishqoriy muhitda $\text{MnO}(\text{OH})_2$ (qo'ng'ir cho'kma tushishi) gacha qaytariladi.

7. Simob (II) xlorid tiosulfatning neytral eritmasi bilan KCl ning mayda kukuni ishtirokida ta'sirlashib, ko'k lakmus qog'ozini qizartiradi:



Reaksiyani o'tkazish uchun KCl qo'shilmasa, HgCl_2 gidrolizlanib, erkin kislota hosil qiladi:



KCl qo'shilganda, u HgCl_2 ni kompleksga bog'lab, HgCl_2 ning gidrolizlanishiga yo'l qo'ymaydi:

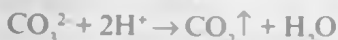


Bu reaksiya ham sulfid ion ishtirokida tiosulfatni topishga imkon beradi.

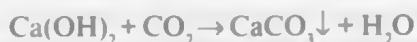
6.4. Karbonat anionining reaksiyalari

Karbonat ion kuchsiz va beqaror karbonat kislotalarning anioni bo'lib, uning ko'pchilik tuzlari suvda kam eriydi. Ishqoriy metallar (litiydan tashqari) va ammoniy karbonatlari suvda yaxshi eriydi. Uning suvli eritmaları ishqoriy muhitga ega, rangsiz.

1. Kislotalar karbonat tuzlari bilan ta'sirlashganda, ularni parchalab, eritadi:



Reaksiyani bajarish maxsus ikki tirsakli idishda amalga oshiriladi. Shunday idish bo'lmasa, rezina shlang kiydirilgan tiqin bilan berkitilgan probirkaga 5–6 tomchi Na_2CO_3 eritmasi va 6–7 tomchi suyultirilgan HCl eritmasi solinadi. Natijada SO_2 ajralib chiqadi. Ajralib chiqayotgan gazni shlang uchiga kiydirilgan shisha nay orqali baritli yoki ohakli suvga yuttirilganda, eritma loyqalanadi:

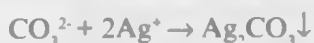


Agar SO_2 bariyli yoki ohakli suvdan uzoq vaqt o'tkazilsa, $\text{Ca(HCO}_3)_2$ yoki $\text{Ba(HCO}_3)_2$ ning hosil bo'lishi natijasida cho'kma eriydi.



Tekshiriladigan eritmada SO_3^{2-} va $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ionlarining bo'lishi SO_3^{2-} ionining topilishiga xalaqit beradi, ular ham kislotalar ta'siridan ohakli suvni loyqalantiradigan SO_2 gazini ajratib chiqaradi. Shuning uchun ham SO_3^{2-} va $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ionlarini SO_3^{2-} ni topishdan oldin oksidlash lozim. Buning uchun karbonatni topishga kirishishdan oldin analiz qilinayotgan eritmaga N_2O_2 yoki KMnO_4 eritmasi qo'shiladi.

2. Kumush nitrat eritmasining 3–4 tomchisi 2–3 tomchi Na_2CO_3 eritmasiga ta'sir ettirilganda, oq Ag_2CO_3 cho'kma hosil bo'ladi:



Cho'kma suyultirilgan kislotalar va ammiakda eriydi.

6.5. Fosfat anionining reaksiyalari

Fosfat ioni uch negizli fosfat ($K_{a1} = 7,6 \cdot 10^{-3}$; $K_{a2} = 6,2 \cdot 10^{-8}$; $K_{a3} = 4,4 \cdot 10^{-13}$) kislotaning anionidir. Ortofosfat kislota uch xil anion hosil qiladi:



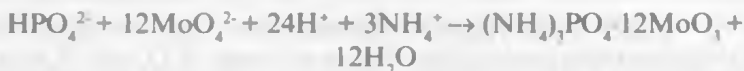
Na_3PO_4 tuzi gidrolizlanib, kuchli ishqoriy muhit hosil qilgani uchun analitik reaksiyalarni bajarishda neytral muhitga esa bo'lgan

Na_2HPO_4 tuzi eritmasi olingani ma'qul. Ko'pchilik kationlarning fosfatlari suvda kam eriydi, bu esa fosfatlar ishtirokida analizni bajarishni ancha qiyinlashtiradi. Ishqoriy metallar va ammoniyning fosfatlari, aksariyat metallarning gidrofosfatlari suvda yaxshi eriydi. Sirkoniy va vismutning fosfat va gidrofosfatlaridan tashqari ko'pgina fosfatlar mineral kislotalarda eriydi. $\text{Zr}(\text{HPO}_4)_2$, BiPO_4 , AlPO_4 , CrPO_4 , FePO_4 kabilar sirka kislotada erimaydi. Ko'pchilik fosfatlar rangsiz, ayrimlari sariq. Rangli metallarning fosfatlari rangli.

1. **Magniy xloridning ammoniyli bufer eritma bilan aralashmasi** (4–5 tomchi) Na_2HPO_4 eritmasiga (3–4 tomchi) qo'shilsa, HCl va HNO_3 da oson eriydigan oq MgNH_4PO_4 cho'kmasi tushadi:



2. **Molibden suyuqligi** fosfat ion ishtirokida nitrat kislotali muhitda qizdirilsa, ishqorlar va ammiakda eriydigan sariq cho'kma hosil qiladi:



Reaksiyani bajarish uchun 1-2 tomchi HNO_3 qo'shilgan va 50–60°C gacha qizdirilgan $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ eritmasiga 1-2 tomchi Na_2HPO_4 eritmasi tomiziladi.

3. **Temir (III) tuzlari** fosfat ion bilan sirka kislotada erimaydigan sarg'ish temir fosfat cho'kma hosil qiladi:



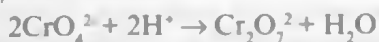
Fosfat ionni aniqlash uchun samarasi yuqori reaksiya sifatida temir (III) rodanid bilan bo'lgan reaksiyani keltirish mumkin. Bu reaksiyada faqatgina cho'kma tushib qolmasdan, qizil-qon rangli eritma rangsizlanadi ham:



6.6. Xromat anionining reaksiyalari

Xromat, dixromat ionlar va xromat kislota kuchli oksidlovchilar hisoblanadi. Xromat va dixromatlar qaytarilganda ularning sariq va to'q sariq ranglari yashil yoki binafshaga o'tadi. Bu ionlar Fe^{2+} , Sn^{2+} , AsO_3^{3-} , SO_3^{2-} , J^- , S^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, CN^- , SCN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ va boshqa ionlarni yuqori oksidlanish darajasigacha oksidlaydi.

Eritmada CrO_4^{2-} ioni sariq rangli bo'lib, kislotali muhitda to'q sariq rangli $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ioniga aylanadi:



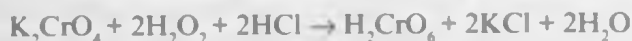
Shuning uchun ham xromat va bixromat kislotalarni eritmadan toza holda ajratib bo'lmaydi, chunki ular parchalanib CrO_3 va H_2O hosil qiladi.

1. Qo'rg'oshin atsetat eritmasining 4-5 tomchisi K_2CrO_4 ning 3-4 tomchi eritmasiga ta'sir ettirilganda, PbCrO_4 ning sariq cho'kmasi tushadi:



Cho'kma HNO_3 va ishqorlarda eriydi, CH_3COOH da esa erimaydi.

2. Vodorod peroksid eritmasidan 2-3 tomchisi va 2-3 tomchi HCl eritmasi 4-5 tomchi K_2CrO_4 eritmasiga tomizilganda, CrO_4^{2-} oksidlanib perxromat kislota - H_2CrO_6 aylanadi va eritma ko'k rangga kiradi:

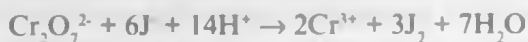


Reaksiyaning sezuvchanligini oshirish uchun eritmaga 0,2-0,3 ml amil spirti qo'shish mumkin. Bunda amil spirti qavati ko'karadi.

3. Xromatni dixromat ishtirokida topish. Neytral muhitda xromat ion yodid ion bilan ta'sirlashmaydi. Yodid ion faqat kislotali muhitda xromat ta'siridan oksidlanadi. Dixromat gidroliz tufayli eritmada kislotali muhitga ega bo'ladi:



Dixromat ion o'z eritmalarida ana shu erkin vodorod ionining bo'lishi tufayli yodid ion bilan ta'sirlashadi:



Agar tekshiriladigan eritmada dixromat bo'lmasa, xromat neytral eritmada yodid bilan ta'sirlashmaydi. Agar yod ajralib chiqsa, xromat dixromat bilan ifloslangan bo'ladi.

6.7. Oksalat anionining reaksiyalari

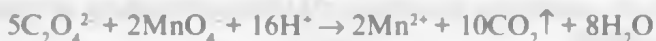
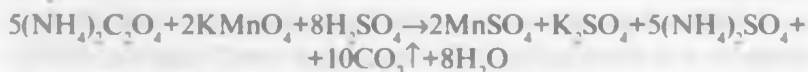
Oksalat ion ikki negizli oksalat kislota ($K_{a1}=5,6 \cdot 10^{-2}$; $K_{a2}=5,4 \cdot 10^{-4}$) anioni bo'lib, uning ko'pchilik tuzlari suvda erimaydi, kaliyli, natriyli

va ammoniyli tuzlari suvda yaxshi eriydi. Oksalat kislota va oksalat ioni komplekslar hosil bo'lishida qatnashadi.

1. Sulfat kislotaning oksalat tuzlariga ta'siridan hosil bo'ladigan oksalat kislota parchalanib, CO_2 va CO gazlarini chiqaradi. Oksalat kislota kristallanganda $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kristallogidrat shaklida bo'ladi. Konsentrlangan H_2SO_4 oksalat kislota bilan qizdirilganda, undan kristallizatsiya suvini tortib oladi va teng hajmda CO_2 va CO ni ajratib chiqaradi:



2. Kaliy permanganat eritmasi probirkadagi 3-4 tomchi $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ eritmasiga 4-5 tomchi H_2SO_4 qo'shib, eritma 60-70°C gacha qizdirilgandan so'ng tomchilatib quyilsa, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ oksidlanib CO_2 ga aylanadi:



KMnO_4 eritmada Mn^{2+} ionigacha qaytarilgani uchun eritmaning rangsizlanishi analitik reaksiyaning tugaganidan dalolat beradi.

6.8. Silikat anionining reaksiyalari

Ishqoriy metallarning silikatlari suvda eriydi (suyuq shisha), ular ishqoriy muhitga ega. Ko'pchilik boshqa silikatlar suvda kam eriydi. Silikat tuzlarining suvdagi eritmalarida gidroliz reaksiyasining kechishi oqibatida polisilikat kislotalar hosil bo'ladi. Natriy silikat tuzining eritmasida gidroliz reaksiyasi hosil bo'ladigan ishqor tufayli cheklanadi. Xlorid, sulfat va nitrat kislotalar ta'siridan parchalanadigan va parchalanmaydigan silikatlar mavjud. Parchalanmaydigan silikatlardan silikat kislotani ajratish uchun ularni soda bilan suyultirib, yaxlitlaydilar yoki plavik kislota bilan ishlab eritadilar. Bunda kremniy-ftorovodorod kislota hosil bo'ladi:



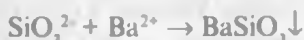
Kremniy-ftorovodorod kislotani bug'latganda, kremniy ftorid va HF uchib chiqadi va SiF_4 ning gidrolizi natijasida hosil bo'ladigan kam miqdor silikat kislota qoladi. Silikatlarni kislotalar bilan

parchalaganda, silikat kislotaning ancha barqaror kolloid eritmasi hosil bo'ladi:



Tabiatda juda ko'p sonli silikatlar mavjud bo'lib, ularning tarkibi umumiy holda $x\text{SiO}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}$ formula bilan ifodalanadi. Ularni analiz qilishda soda bilan yaxlitlashdan foydalaniladi.

1. **Bariy xlorid** silikat ion bilan oq rangli cho'kma hosil qiladi, bu cho'kma kislotalar ta'siridan silikat kislotalar aralashmasidan iborat bo'lgan suzmasimon kolloid hosil qiladi:

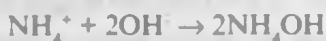
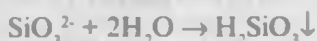


2. **Suyultirilgan kislotalar** silikatlarining o'rtacha konsentratsiyali eritmalariga sekin ta'sir ettirilganda silikat kislotalarining gellari (suzmasimon cho'kmasi) hosil bo'ladi:

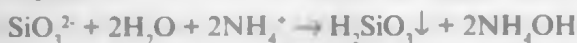


Suyultirilgan kislotalar tez qo'shilganda cho'kma (gel) sekin yoki juda sekin hosil bo'ladi, cho'kma tushmasligi ham mumkin. Silikat kislotalarni to'liq ajratish uchun gel bir necha marta konsentrlangan HCl ishtirokida quruq qoldiqqacha bug'latiladi, bunda silikat kislotalar suvsizlanadi va amalda erimaydigan ko'rinishga o'tadi. Ana shu qoldiqni kislotali suv bilan ishlab, so'ngra silikat kislotalarni ajratib olish mumkin.

3. **Ammoniy tuzlari** silikat kislotalarni suyultirilgan kislotalardan ko'ra to'laroq ajratish imkonini beradi. Buning sababi, silikat gidrolizi va koagulyatsiyasi muvozanatining ammoniy ioni ta'siridan buzilishidir:



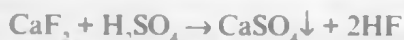
yoki umumiy holda



Agar sovuq sharoitda cho'kma tushmasa, aralashmani bir necha daqiqa davomida suv hammomida qizdirish kerak.

4. **Kalsiy storidni** (tarkibida silikatlari va SiO_2 bo'lmagan) konsentrlangan sulfat kislota ishtirokida silikat ion bilan platina tigelda qizdirganda, kremniy storid gazi hosil bo'ladi. Hosil bo'layotgan SiF_4 ni bog'lash uchun platina simi uchida distillangan suv shu gaz yo'liga tutilsa (juda yaqin tutganda $\text{H}_2\text{SiO}_3\downarrow$ va HF

ta'sirlashadi, natijada loyqa erib ketadi), silikat kislota hosil bo'lishi tufayli suv loyqalanadi:



6.9. Borat kislotalar anionlarining reaksiyalari

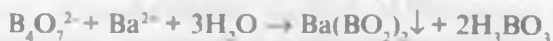
Borat kislotalar ancha kuchsiz kislotalar bo'lib, ularning ortoborat — BO_3^- , metaborat — BO_2^- va tetraborat — $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ ko'rinishlari:



va anionlari mavjud.

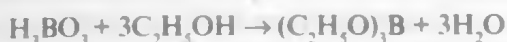
Ishqoriy metallar boratlari suvda eriydi. Bu tuzlarning suvdagi eritmalari kuchli ishqoriy ($\text{pH} \approx 11$) muhitga ega. Suvda erimaydigan boratlar kislotalarda eriydi. Borat kislota glitserin va mannit bilan komplekslar hosil qilishi natijasida borning kompleks kislotalari hosil bo'ladi, bu kislotalar ortoborat kislotadan ancha kuchli kislotalardir. Borat kislota komplekslar hosil qilishi miqdor analizda katta ahamiyatga ega.

1. Bariy xlorid eritmasining 5-6 tomchisi 4-5 tomchi $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ eritmasiga aralashtirilsa, sirka, nitrat va xlorid kislotalarda yaxshi eriydigan oq rangli bariy metaborat cho'kma hosil bo'ladi:



2. Alanga rangining bo'yalishi. Borning uchuvchan birikmalari alangani yashil rangga bo'yaydi.

Reaksiyani bajarish uchun 1) chinni tigelga 6-7 tomchi bura eritmasidan solib, modda quriguncha eritma bug'latiladi. Sovutilgan quruq qoldiq ustiga 15-20 tomchi etil spirt va 5-6 tomchi konsentrlangan H_2SO_4 qo'shilib, aralashtiriladi. Spirtning ta'sirlashmay qolgani yondirilsa, uning tarkibida reaksiya natijasida hosil bo'lgan trietilborat spirtning bo'lishi tufayli alanganing chetlari yashil rangga bo'yaladi:



2) jo'mrakli probirkaga quruq holdagi tekshiriladigan moddadan biroz solib, sulfat kislota yordamida kislotali muhit hosil qiling va unga 5 tomchi trietilborat efiridan tomizing. Probirka jo'mragidan chiqayotgan bug'lar yondirilsa, alanga yashil rangga kiradi. Tekshiriladigan aralashma orqali havo puflansa, reaksiyaning sezuvchanligi keskin oshadi. Reaksiya borat kislota va borat tuzlarining silikat kislota metil yoki etil efirlari bilan bo'lgan ta'sirlashishiga asoslangan:



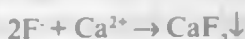
3. Alizarin S sulfat kislotali muhitda borat kislota ta'siridan o'zining sariq rangini qizilga o'zgartiradi.

4. Xinalizarin sulfat kislotali muhitda binafshadan ko'k rangga o'tadi.

6.10. Ftorid anionining reaksiyalari

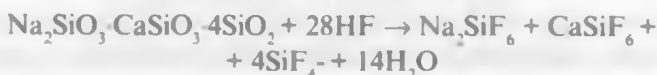
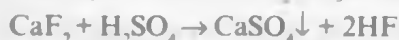
Ftorid ion ftorid kislotalarning anioni bo'lib, ko'pgina ftoridlar, shu jumladan, kumush ftorid suvda yaxshi eriydi. Ishqoriy-er metallari, qo'rg'oshin, alyuminiyning tabiiy ftoridlari va litiy ftorid suvda yomon eriydi. Erimaydigan ftoridlarni eruvchan holatga o'tkazish uchun soda va SiO_2 bilan suyuqlantirib yaxlitlash kerak bo'ladi. Ftoridlar ko'plab komplekslar hosil qiladi: $[\text{SiF}_6]^{2-}$, $[\text{AlF}_6]^{3-}$, $[\text{FeF}_6]^{3-}$, $[\text{BeF}_4]^{2-}$, $[\text{ZrF}_6]^{2-}$, $[\text{BF}_4]^-$, $[\text{TiF}_6]^{2-}$ va boshqa. Ftoridlar va plavik kislota bilan ishlaganda HF ning shisha bilan ta'sirlashishini hisobga olib, isitish bilan bog'liq bo'lmagan reaksiyalarni polietilen probirkalarda o'tkazish tavsiya qilinadi.

1. Kalsiy xlorid eritmasining 3-4 tomchisi 2-3 tomchi NaF eritmasiga tomizilganda, mineral kislotalarda qiyin eriydigan va sirka kislotada erimaydigan oq CaF_2 cho'kma hosil bo'ladi:



2. Konsentrlangan sulfat kislota eritmasining quruq ftoridga ta'siridan hosil bo'lgan HF probirka tarkibidagi silikat bilan

ta'sirlashib, SiF_4 ni, SiF_4 esa suv bilan H_2SiO_3 loyqasini hosil qiladi:



Reaksiyani bajarish uchun quruq probirkaga CaF_2 ning quruq tuzidan moshdek bo'lagi solinib, ustiga 2-3 tomchi konsentrlangan H_2SO_4 tomiziladi.

Ushbu reaksiya F uchun eng xarakterli reaksiyadir.

3. Geksarodanoferrat (III) yoki temir (III) rodanidning rangi ftorid ion ta'siridan yo'qoladi:



6.11. Ikkinchi analitik gruppada anionlari aralashmasining analizi

Ikkinchi analitik gruppada kationlari aralashmasining analizini boshlashdan oldin taxminiy sinash reaksiyalarini amalga oshirish talab etiladi, ayrim ionlar o'z oksidlanish darajalarini o'zgartirishi, eritmadan u yoki bu reagent ta'siridan yo'qotilishi mumkin.

1. Taxminiy sinashlar.

1) Eritmaning pH qiymatiga qarab muayyan xulosa qilish mumkin. Kislotali muhit eritmada erkin kislotalar, gidrolizlanish natijasida kislotali muhit hosil qiladigan tuzlar bo'lishidan; ishqoriy muhit eritmada erkin ishqorlar yoki gidrolizlangan ishqorlar hosil qiladigan tuzlar borligidan dalolat beradi. Neytral muhitli eritmada yuqorida ko'rsatilgan moddalar bo'lmaydi.

2) BaCl_2 eritmasining neytral va xlorid kislotali muhitdagi ta'siri natijasida cho'kma tushmasa, tekshiriladigan eritmada bariy bilan cho'kadigan anionlar (6.1-jadval) yo'qligi haqida xulosa qilinadi. Biroq konsentrlangan eritmalaridan cho'kadigan tiosulfat, borat va arsenit ionlari bo'lishi ham mumkin. Agar kislotali muhitda ham cho'kma tushsa, sulfat ion bo'lishiga gumon qilinadi. Biroq bu gumon oxirgi xulosaga asos bo'lolmaydi, chunki sulfat ion oltingugurtli boshqa anionlarning oksidlanishidan ham hosil bo'ladi.

3) $AgNO_3$ ta'siri natijasida cho'kma tushmasa, kumush ion bilan cho'kadigan anionlarning yo'qligi haqida xulosa qilinadi. Agar oq cho'kma tushsa, tiosulfat, fosfat, xromat, arsenit, arsenat kabi rangli cho'kmalar hosil qiladigan anionlarning yo'qligi gumon qilinadi. Biroq bu ham oxirgi xulosa uchun asos bo'lolmaydi, chunki sariq cho'kma hosil qiladigan fosfat va arsenit ionlari kam miqdorlarda bo'ladi.

4) *Kislotali muhitda kaliy yodid va kaliy permanganatlar ta'siridan oksidlovchi va qaytaruvchi xossalarini namoyon etuvchi anionlar borligi tekshiriladi.* Agar sirka kislota eritmasiga kaliy ta'sir ettirganda tekshiriladigan eritma rangi o'zgarmasa, unda xromat, dixromat va arsenat kabi oksidlovchi anionlar bo'lmaydi. Kislotali muhitda sovuq eritmaga kaliy permanganat eritmasi qo'shilganda rangning yo'qolishi eritmada sulfat, tiosulfat, arsenit kabi ionlarning, qizdirganda rang yo'qolishi esa – oksalat ionning mavjudligidan xabar beradi.

5) *Suyultirilgan va konsentrlangan sulfat kislota ta'siri natijasida ham u yoki bu ionlarning borligi haqida xulosa qilish mumkin (6.1-jadval).*

6) *Karbonat (6.5) va fosfat (6.6) ionlarining borligini tekshiriladi.*

2. **Moddani analizga tayyorlash.** Tekshirish uchun berilgan moddaning agregat holatiga qarab, analiz turlicha amalga oshiriladi. Agar ishqoriy metallar tuzlari berilgan bo'lsa, shu tuzlarni eritib bajariladi. Agar boshqa kationlar tuzlari aralashmalari berilgan bo'lsa, avvalo og'ir metallar kationlarining tuzlari «sodali so'rim» hosil qilish orqali ajratiladi. Shuni unutmaslik kerakki, oksidlovchilik va qaytaruvchilik xossalarini namoyon qiladigan sulfat va xromat (dixromat); tiosulfat va arsenat; xromat va tiosulfat va shular singari juftlar tegishli pH qiymatlarida qaytarilgan yoki oksidlangan shakllarga o'tishlari mumkin. Oxirgi xulosani qilishda faqat sistematik analiz natijalarigagina emas, balki taxminiy sinashlar va boshqa barcha kuzatishlar natijalariga ham tayanish mumkin.

3. **Anionlar aralashmasining sistematik analizi.** Sistematik analizga kirishishdan oldin eritmaning ulushlaridan ayrim anionlarga xos reaksiyalarni qilib ko'rish maqsadga muvofiqdir. Bu natijalar unchalik ishonchli bo'lmasa-da, kelajakdagi tekshirishlar uchun qulaylik tug'dirishi mumkin. Anionlarning sistematik analizi ularni analiz qilishda qulay bo'lgan gruppachalarga ajratishdan iborat.

1. *Silikat ionini topish va ajratishda* tekshiriladigan eritmaning chinni kosachadagi bir qismiga xlorid kislota va ammoniy xlorid

qo'shib, quriguncha bug'latiladi. Bunda sulfat, tiosulfat va karbonat kislotalar parchalanadi. Quruq qoldiq 2 N HCl bilan ishlangandan so'ng cho'kmada H_2SiO_3 va S (1-cho'kma), eritmada esa sulfat, digidrofosfat, dixromat, digidroarsenat, xlorid ionlari va arsenit hamda borat kislotalar (1-eritma) qoladi.

Chinni kosachadagi quruq qoldiqqa yana xlorid kislota va suv quyganda silikat kislotaning jelatinasimon cho'kma hosil bo'lgani ko'rinadi. Cho'kma so'rg'ichli qurilmaga o'rnatilgan voronkaga o'tkaziladi va filtrlangandan so'ng HCl qo'shilgan suv bilan yuviladi. Filtrat va yuvindi suvlar yig'iladi. Cho'kmaning silikat kislotaga tegishli ekanligi kremniy ftorid hosil qilish, ammoniy molibdat va benzin ta'siri va boshqa reaksiyalar (6.9) yordamida tekshirib ko'riladi.

2. Sulfat ionini topish va ajratish uchun 1-eritmaga kislotali muhitli BaCl₂ eritmasi qo'shiladi. Bunda sulfat iondan boshqa anionlar cho'kmaydi. BaCl₂, keyingi tekshirishlarga xalaqit bermasligi uchun 1-eritmaga uning faqat 1-2 tomchisi tomizilib, sulfat ion borligi tekshirib ko'riladi. Agar shunda cho'kma hosil bo'lmasa, boshqa BaCl₂ qo'shilmaydi. Agar cho'kma tushsa, 1-eritmaning bir qismiga BaCl₂ qo'shib sulfat cho'ktiriladi va uning to'la cho'kishini tekshirib ko'riladi. BaCl₂ ning ozgina ortiqchasi ziyon keltirmaydi. Shundan keyin olingan aralashmaga qolgan 1-eritmada 0.5 ml qo'shiladi. Shu tariqa BaSO₄ ning qariyb to'la cho'kishiga va BaCl₂ ning ortiqchasini yo'qotishga erishish mumkin.

Aralashmani qizdirib, sentrifugalab ajratganda, cho'kmada BaSO₄ (2-cho'kma), eritmada esa H_3PO_4 , $Cr_2O_7^{2-}$, $H_2AsO_4^-$, Cl⁻, Ba²⁺, arsenit va borat kislotalar (2-eritma) qoladi.

3. Dixromat ionni topish va ajratish uchun 2-eritma biroz bug'latiladi va unga eritmaning kislotaligini kamaytirish uchun bir necha tomchi natriy atsetat eritmasi qo'shiladi. $Cr_2O_7^{2-}$ ishtirokida eritmaning qizg'ish rangi sariqqa o'zgaradi va sariq rangli BaCrO₄ cho'kadi. Shunday qilib, $Cr_2O_7^{2-}$ ion BaCrO₄ shaklida cho'kmada (3-cho'kma), qolgan anionlar eritmada (3-eritma) bo'ladi. Agar cho'kma birdaniga tushmasa, yana 1-2 tomchi BaCl₂ eritmasi tomiziladi. Agar bunda ham cho'kma tushmasa, eritmada $Cr_2O_7^{2-}$ ion bo'lmaydi. Agar 3-cho'kma tushgan bo'lsa, u kislotada eritilib, $Cr_2O_7^{2-}$ ionning borligi qo'shimcha (6.7) tekshiriladi.

4. Arsenat va fosfatlarni cho'ktirish uchun 3-eritmaga MgCl₂ + NH₄OH + NH₄Cl qo'shiladi. Bunda cho'kmaga MgNH₄PO₄

va $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$ tushadi (4-cho'kma), eritmada borat, magniy, ammoniy ionlari va ammiak (4-eritma) qoladi. Agar cho'kma tushmasa, eritmada arsenat va fosfat ionlar bo'lmaydi. Cho'kma sentrifugalab ajratiladi.

5. Arsenat ionini ajratish va topish uchun 4-cho'kma ammiakning suyultirilgan eritmasi bilan yuviladi va konsentrlangan xlorid kislota da eritiladi. So'ngra undan vodorod sulfid o'tkazilsa, As_2S_5 (5-cho'kma) cho'kadi. Eritmada H^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Cl^- ionlari, H_3PO_4 va H_2S (5-eritma) qoladi. 5-cho'kma tarkibida oltingugurt ham bo'lishi mumkin. 5-cho'kma ajratilgandan so'ng astoydil yuviladi va nitrat kislota da eritilib, undan mishyak (4.6) tekshiriladi.

6. Fosfat ionini topish uchun 5-eritmaga nitrat kislota qo'shib, xloridlar va sulfidlarni chiqarib yuborish uchun qariyb quriguncha bug'latiladi. Qoldiq yana nitrat kislota da eritilib, yana quriguncha bug'latiladi. Ana shu ikki martalik ishlovdan keyin quruq qoldiq nitrat kislota da eritiladi va ajralib chiqqan oltingugurt filtrlanadi. Filtratdan ammoniy molibdat ta'siridan fosfat ion (6.6) topiladi (sariq cho'kma). 5-eritmani nitrat kislota bilan ikki karra ishlashning o'rniga vodorod sulfidni yo'qotish uchun qaynatishdan foydalanish ham mumkin. Vodorod sulfid to'liq haydab chiqarilgandan so'ng eritmaga ammiak qo'shiladi. Bunda oq MgNH_4PO_4 cho'kmasi tushadi.

7. Borat ionini topish uchun 4-eritmaning bir qismini chinni kosachada ehtiyotlik bilan bug'latib, borat ion (6.10) tekshiriladi.

8. Sulfat, sulfit va karbonat ionlarini tiosulfat ionidan ajratish uchun tekshiriladigan eritmaning bir qismiga SrCl_2 eritmasi qo'shiladi. Natijada sulfat, sulfit va karbonatlar cho'kmaga (6-cho'kma) tushadi, eritmada tiosulfat, stronsiy va xlorid ionlari (6-eritma) qoladi. Cho'kma sentrifugalab, eritmada n ajratiladi.

9. Sulfit va karbonat ionlarini topishda tekshiriladigan eritmada sulfatning bor yoki yo'qligi katta ahamiyatga ega. Agar tekshiriladigan eritmada *sulfat ion topilmagan* bo'lsa, analiz quyidagicha bajariladi. 6-cho'kmani ammiakning suyultirilgan eritmasi bilan astoydil yuvgandan so'ng probirkaga o'tkazing, so'ngra bir necha tomchi $\text{Ba}(\text{OH})_2$ va 0,5 ml 3% li vodorod peroksid eritmaları tomizing. Bunda sulfit ion oksidlanib, sulfat ionga aylanadi va oq cho'kma hosil bo'ladi. Shundan so'ng probirkaga xlorid kislota quyig va uni darhol nayli tiqin bilan berkiting va ajralib chiqayotgan gazni barit yoki ohakli suvdan o'tkazing. Probirkadagi cho'kma erimasa, bu tekshiriladigan eritmada sulfit ion bo'lganligini

ko'rsatadi. Baritli yoki ohakli suvning loyqalanishi esa eritmada karbonat ionning borligidan dalolat beradi. Agar tekshiriladigan eritmada *sulfat ion bo'lsa*, sulfat ionni topish uchun 6-eritma sovuq suvda bafurja yuvilib, undagi tiosulfatning qoldiqlari ajratiladi. Yuvindi filtrat tashlab yuboriladi. Filtrdagi cho'kma suyultirilgan sirka kislotaning biroz miqdorida eritilib, unga 1-2 tomchi KMnO_4 va 2-3 tomchi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ tomiziladi. Sulfat ion ishtirokida permanganat rangsizlanadi, sulfat ion esa BaSO_4 shaklida cho'kmaga tushadi. Filtrdagi cho'kmani eritish vaqtida sulfat va karbonat ionlar ishtirokida karbonat va sulfat angidridlar ajraladi. Ularni 6.3 va 6.4 dagi reaksiyalar yordamida bilib olish mumkin.

10. Tiosulfat ionini topish uchun neytral 6-eritmaga yod eritmasi qo'shiladi. Yod rangining yo'qolishi tiosulfat borligini ko'rsatadi. Eritmada boshqa oksidlovchi va qaytaruvchilar bo'lmasligi kerak. Sulfat ion esa to'la cho'ktirilib, ajratilgan bo'lishi kerak. 6-eritmaga xlorid kislotaga qo'shib, qizdirganda oltingugurtning cho'kishi va sulfat angidrid gazining ajralishi (hididan bilinadi) ham tiosulfat mavjudligidan dalolat beradi.

Ikkinchi analitik gruppada anionlari aralashmasining analiz sxemasi 6.1-jadvalda keltirilgan.

**Ikkinchi analitik gruppada anionlari aralashmasi
analizining sxemasi**

Amal	Reagent	Ionlar		
SiO_3^{2-} ni ajratish va topish	$\text{HCl} + \text{NH}_4\text{Cl}$	1-cho'kma $\text{H}_2\text{SiO}_3 + \text{S}$	1-eritma SO_3^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, H_2AsO_4^- , H_2PO_4^- , H_2AsO_3^- , H_2BO_3^- , Cl^-	SO_3 , $\text{CO}_2 \uparrow$
SO_4^{2-} ni ajratish va topish	BaCl_2	2-cho'kma BaSO_4	2-eritma $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, H_2AsO_4^- , H_2PO_4^- , H_2AsO_3^- , H_2BO_3^- , Ba^{2+} , Cl^-	
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ni ajratish va topish	CH_3COONa	3-cho'kma BaCrO_4	3-eritma H_2AsO_4^- , H_2PO_4^- , H_2AsO_3^- , H_2BO_3^- , Ba^{2+} , CH_3COO^- , Cl^-	
AsO_3^{3-} , PO_4^{3-} ionlarini ajratish	$\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{Cl}$ $+ \text{NH}_4\text{OH}$	4-cho'kma MgNH_4PO_4 , $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$	4-eritma H_2AsO_3^- , H_2BO_3^- , Mg^{2+} , CH_3COO^- , Cl^-	
4-cho'kmani eritish	HCl	5-cho'kma H_2PO_4^- , H_2AsO_4^- , Mg^{2+}		
AsO_3^{3-} , PO_4^{3-} ionlarini topish	H_2S	6-cho'kma As_2S_3 , As_2S_5	6-eritma H_2PO_4^-	
AsO_3^{3-} ni topish	$\text{HCl} + \text{H}_2\text{S}$	6-cho'kma As_2S_3	7-eritma H_2BO_3^-	
BO_3^{3-} ni topish	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{H}_2\text{SO}_4$	$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{B}$		
Stronsiy tuzlarini cho'ktirish va $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ni topish	SrCl_2	7-cho'kma SrSiO_3 , SrSO_4 , SrSO_3 , SrCrO_4 , $\text{Sr}_3(\text{AsO}_4)_2$, SrCO_3 , $\text{Sr}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Sr}_3(\text{AsO}_3)_2$, $\text{Sr}(\text{BO}_3)_2$	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	
SO_3^{2-} va CO_3^{2-} ni topish	H_2SO_4	8-cho'kma $\text{H}_2\text{SiO}_3 + \text{SrSO}_4$	8-eritma $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, H_2AsO_4^- , H_2PO_4^- , H_2AsO_3^- , H_2BO_3^-	SO_3 , $\text{CO}_2 \uparrow$

VII BOB

7. BIRINCHI VA IKKINCHI GRUPPALAR ANIONLARI ARALASHMASINING ANALIZI

Birinchi va ikkinchi analitik gruppalar aralashmasini analiz qilganda ham analiz taxminiy sinashlardan boshlanadi.

1. **Taxminiy sinashlar.** Taxminiy sinashlar 6.13 kabi amalga oshiriladi.

2. **Ayrim anionlarni topishda** ular birikmalarining uchuvchan kislotalar hosil qilishidan foydalaniladi. *Uchuvchan kislotalarning mavjudligini tekshirishda* mikroprobirkaga 3-4 tomchi tekshiriladigan eritma va 3-4 tomchi 6 N H_2SO_4 eritmasi qo'shiladi. Natijada ayrim anionlar uchuvchan kislotalar hosil qiladi, bu kislotalarning ayrimlari beqaror bo'lganligi uchun parchalanib, parchalanish mahsulotlari holida chiqadi. Bunda ajralayotgan gazning tarkibida azot oksidlari (nitrit ion ishtiroki), oltingugurt (IV) oksid (sulfit va tiosulfat ionlar ishtiroki), vodorod sulfid (sulfid ion ishtiroki) borligi tekshiriladi.

1. **Azot oksidlari ajralayotganligini tekshirishda** uchi halqa shaklidagi nixrom simi kaliy yodid va kraxmal aralashmasining eritmasiga botirilib, so'ngra ajralayotgan gaz yo'lga tutiladi. Agar nixrom simi uchidagi tomchi ko'karsa, tekshiriladigan eritmada azot oksidlari bo'ladi.

2. **Oltingugurt (IV) oksidni topishda** uchi halqali nixrom simi yodning kraxmalli eritmasiga botiriladi va ajralib chiqayotgan gaz oqimiga kiritilganda, ko'k rang yo'qolsa, eritmada sulfit, tiosulfat yoki sulfid ionlari bo'ladi. Nixrom simi halqasini natriy nitroprussid va rux atsetatning to'yingan eritmasiga botirib, gaz oqimiga tutganda qizil rangning paydo bo'lishi ham sulfit ajralayotganligini ko'rsatadi.

3. **Vodorod sulfid ajralayotganligini tekshirishda** nixrom simining halqasi natriy nitroprussidning ammiakli eritmasiga tushirilib, gaz yo'lga tutilganda binafsha rang paydo bo'lsa, vodorod sulfid ajralayotganligi va eritmada sulfid ion borligini ko'rsatadi.

4. **Karbonat ionini topishda** analizga xalaqit beradigan sulfit va tiosulfat ionlari ajratilishi kerak. Buning uchun 3-5 tomchi tekshiriladigan eritmaga $pH > 7$ bo'lganda, 5-6 tomchi 3% li vodorod peroksid tomiziladi. Reaksiya tugagach, shu eritmaga 2 N H_2SO_4

eritmasi qo'shiladi. Karbonat angidridning ajralishi karbonat ionning mavjudligiga ishoradir.

5. Borat ionini topish uchun kichkina tigelda 10 tomchi tekshiriladigan eritmani bug'lating. Quruq qoldiqni sovitgandan keyin ozgina kalsiy ftorid bilan aralashtiring va shu aralashmaga 1-2 tomchi konsentrlangan sulfat kislotaga qo'shing. Bor ishtirokida uchuvchan BF_3 ajraladi. Hosil qilingan aralashmaga nixrom simini tushirib, gorelka alangasi tepasiga (alangaga tegizmay) tutilsa, birozdan so'ng alanganing cheti yashil rangga kiradi.

6. Atsetat ionini topish uchun tekshiriladigan eritmaning 5-10 tomchisiga $\text{pH}=7$ bo'lganda tomchilab cho'kma tushishi to'xtagunga qadar AgNO_3 qo'shiladi. Cho'kma sentrifugalab ajratiladi va sentrifugatdan atsetat ioniga tegishli reaksiyalar (5.30) qilib ko'riladi. Buning uchun sentrifugatga 5-6 tomchi FeCl_3 yoki $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ eritmasidan tomiziladi. Atsetat ion ishtirokida qo'ng'ir-qizil rang paydo bo'ladi, aralashma suv hammomida qizdirilganda esa qo'ng'ir-qizil rangli temir dioksiatsetat cho'kmaga tushadi. Cho'kmani sentrifugalab ajratib, quritgandan so'ng unga soat oynasi yoki mayda tigelda KHSO_4 ishqalansa, sirka kislotaga hidi keladi.

3. Anionlar aralashmasining sistematik analizi. Tekshiriladigan eritmaning bir ulushiga $\text{pH}=9-10$ bo'lganda oq cho'kma ajralishi tugaguncha to'yingan kalsiy atsetat eritmasidan tomchilab qo'shiladi. Probirka devoriga shisha tayoqchani ishqalash cho'kma tushishini tezlashtiradi. Cho'kma sentrifugalab ajratiladi. Cho'kmada CaCO_3 , CaSO_4 , $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Ca}_3(\text{AsO}_4)_2$, CaSiO_3 , $\text{Ca}(\text{BO}_3)_2$, CaC_2O_4 (1-cho'kma), eritmada esa CrO_4^{2-} , SO_4^{2-} , S^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, Cl^- , Br^- , I^- , NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- (1-eritma) bo'ladi.

1. SO_3^{2-} , SiO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} va AsO_3^{3-} ionlarni topish uchun 1-cho'kma 2-3 marta distillangan suv bilan yuvilgandan so'ng 2 N HCl eritmasida qizdirib eritiladi. Bunda SO_3^{2-} ion ishtirokida SO_2 (6.3. bo'yicha tekshiriladi) gazi ajraladi. Agar 1-cho'kma xlorid kislotada to'liq erimasa, bu unda silikat kislotaga (2-cho'kma) borligidan darak beradi. 2-cho'kma sentrifugalab ajratiladi, distillangan suv bilan yuvilgandan so'ng tekshiriladi (6.8). 2-cho'kma ajratilgandan keyin qolgan eritmadan (2-eritma) oksalat ion (6.7) topiladi. Oksalat ion bo'lsa, 2-eritmaga natriy atsetat qo'shiladi. Oksalat ion bo'lmasa, 2-eritmaga natriy atsetat bilan birga ammoniy oksalat ham qo'shiladi. Bunda kalsiy oksalat cho'kadi (3-cho'kma). Kalsiy oksalat ajratilgandan keyin qolgan

eritma (3-eritma) 6.12-band 3-bandchasining 4-6-satrlarida ko'rsatilgan tartibda tekshiriladi.

2. SO_4^{2-} va CrO_4^{2-} ionlarini topish uchun 1-eritmadan tegishli reaksiyalar (6.2. va 6.6.) qilinadi.

3. S^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, J^- , Cl^- , Br^- ionlarini topish uchun 1-eritmadan foydalaniladi. S^{2-} va $S_2O_3^{2-}$ ionlarini topishga CrO_4^{2-} ion xalaqit beradi. Shuning uchun u $Ba(NO_3)_2$ ta'sirida 1-eritmadan to'liq ajratilishi kerak. Bunda eritmadagi sulfat va xromat ionlar cho'kmaga (4-cho'kma - tashlab yuboriladi) tushadi. Eritmada S^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, Cl^- , Br^- , J^- , NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^- (4-eritma) ionlar qoladi. Mikroprobirkadagi 4-eritmaga biror rux tuzining ammiakdagi bir tomchi eritmasi qo'shiladi. Bunda sulfid ion ishtirokida ZnS (oq) cho'kadi. Sulfid ion borligi aniqlangandan so'ng 4-eritmaning barchasiga tomchilab, ammiakli $[Zn(NH_4)_6]^{2+}$ eritmasi qo'shiladi va barcha sulfid ZnS shaklida (5-cho'kma) cho'ktiriladi. Cho'kma ajratilgandan so'ng eritmada $S_2O_3^{2-}$, Cl^- , Br^- , J^- , NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^- ionlar (5-eritma) qoladi. To'la cho'kish tekshirilib, cho'kma sentrifugalab ajratiladi va 6 N HCl eritmasidan tomchilab qo'shib eritilgandan keyin sulfid ionga xos reaksiyalar (5.20) qilib ko'riladi.

5-eritmaning 2-3 tomchisi 6 N HCl eritmasi yordamida kislotali muhitga keltirilgandan keyin 2-3 daqiqa suv hammomida qizdiriladi, oltingugurt va SO_2 ajralishi tiosulfat borligidan darak beradi. Buni qo'shimcha tekshirish uchun 1-2 tomchi 5-eritmaga 2-3 tomchi 2 N HNO_3 va $AgNO_3$ qo'shiladi. Qorayadigan oq rangli cho'kmaning tushishi tiosulfat ion borligini tasdiqlaydi.

Yodid ionlari $NaNO_2$ ta'siridagi reaksiya yordamida (5.18) topiladi.

Tekshiriladigan eritmada tiosulfat va yodid ionlari bo'lsa, ularga 3 N HNO_3 va to'yingan $NaNO_2$ eritmasi ta'sir ettiriladi. Natijada yod, nitrat va sulfat hamda oltingugurt hosil bo'ladi. Oltingugurtni sentrifugalab ajratgandan keyin sentrifugatga kumush nitrat eritmasi tomchilab qo'shilsa, xlorid va bromid ionlar $AgCl$ va $AgBr$ (6-cho'kma) shaklida cho'kadi. Eritmada nitrat va atsetat (6-eritma) qoladi. 6-cho'kmani sentrifugada ajratgandan so'ng distillangan suv bilan ikki marta yuviladi va tekshiriladi (5.31).

4. NO_2^- , NO_3^- va CH_3COO^- ionlarini topish uchun mikroprobirkaga 10-15 tomchi tekshiriladigan eritmaga, karbonat ангидрид ajralib chiqishi to'xtagunga qadar 6 N CH_3COOH dan qo'shing va cho'kma hosil bo'lishi tugaguncha kumush sulfat eritmasidan tomchilab tomizing. Bunda NO_2^- , NO_3^- va CH_3COO^-

anionlardan tashqari barcha anionlar cho'kadi. Cho'kmani sentrifugalab ajrating va sentrifugadan nitrit va nitrat ionlarini (5.31) toping. Eritmada ortib qolgan Ag^+ ni 2 N NaOH eritmasi yordamida Ag_2O cho'kmasi shaklida ajratib, laborantga topshiring. Filtratdan atsetat ionini (5.30) toping.

Birinci va ikkinchi gruppalar anionlari aralashmasi analizining sxemasi 7.1-jadvalda keltirilgan.

7.1-jadval

**Birinci va ikkinchi gruppalar anionlari aralashmasi
analizining sxemasi**

Amal	Reagent		Ionlar			
Cho'kma						
SO_4^{2-} va SiO_3^{2-} ionlarni topish	HCl	CO_3 , $\text{SO}_3 \uparrow$	H_2SiO_3	H_2PO_4 , H_2AsO_4 , H_2SbO_4 , H_2BO_3 , Ca^{2+}		
Ca^{2+} ni ajratish	CH_3COONa , $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$		PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , SbO_3^{3-} , BO_3^{3-}		CaC_2O_4	
PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} ni ajratish	$\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$		MgNH_4PO_4 , $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$		AsO_3^{3-} , BO_3^{3-} , Mg^{2+} , $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4^+$	
AsO_3^{3-} , BO_3^{3-} ni ajratish	H_2O_2		$\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$		BO_3^{3-}	
Eritma						
CrO_4^{2-} va SO_4^{2-} ni ajratish	$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$		BaSO_4 , BaCrO_4		S^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, J , Cl , Br , NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^-	
S^{2-} ni ajratish	$[\text{Zn}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$		ZnS	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, J , Cl , Br , NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^-		
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ni topish	a) HCl b) AgNO_3		a) SO_2 b) $\text{Ag}_2\text{S} \downarrow$		$\text{S} \downarrow$	
J ni topish	$\text{NaNO}_2 + \text{CH}_3\text{COOH}$		J_2			
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ va J ni yo'qotish	$\text{HNO}_3 + \text{NaNO}_2$		J_2	Cl , Br , SO_4^{2-} , $(\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightarrow \text{SO}_4^{2-})$, NO_3^- , CH_3COO^-		$\text{S} \downarrow$
Cl va Br ni ajratish	AgNO_3		AgCl , $\text{AgBr} \downarrow$		NO_3^- , CH_3COO^-	

7.1. Kation va anionlar aralashmasining analizi

Eritmadagi kation va anionlar aralashmasining analizini kationlarni topishdan boshlangani maqsadga muvofiqdir.

Bunda quyidagi qulayliklar mavjud:

1. Ba'zi anionlarning eritmada mavjudligi kationlarni topish jarayonidayoq ma'lum bo'lib qoladi.

1. PO_4^{3-} anioni III grupp kationlarini $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ bilan cho'ktirishdan oldin aniqlanadi.

2. IV grupp kationlaridan As^{3+} va As^{5+} ning bo'lmashligi AsO_3^{3-} va AsO_4^{4-} anionlarining ham mavjud emasligidan dalolatdir.

3. Eritmadan Cr^{3+} ionlarining topilishi CrO_4^{2-} va $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ anionlarning borligidan dalolat beradi.

4. Eritmada Mn^{2+} kationi bo'lmasa MnO_4^- ion ham bo'lmaydi.

5. Tekshiriladigan eritmadan Ag^+ ion topilgan bo'lsa, I gruppaning xlorid gruppachasi anionlari yo'qligi haqidagi xulosaga kelish mumkin.

6. Analiz qilinayotgan moddadan S^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} kabi anionlar bilan qiyin eriydigan tuz hosil qiluvchi kationlar topilgan bo'lsa, eritmada bu anionlar ham bo'lmashligi mumkin.

7. Agar eritmadan Ba^{2+} , Sr^{2+} , Pb^{2+} kationlari topilgan bo'lsa, SO_4^{2-} anionining ham bo'lishi mumkin emas.

8. Tekshirilayotgan eritmadan Ag^+ ionlari topilgan va eritma ishqoriy muhitga ega bo'lsa, unda SO_4^{2-} va F^- ionlaridan tashqari II grupp anionlari ham bo'lmaydi, chunki ularning Ag^+ bilan hosil qilgan tuzlari suvda erimaydi.

2. Kationlar aralashmasining analizi vodorod-sulfidli klassifikatsiya bo'yicha 5.1. da keltirilgan quyidagi asosiy bosqichlar asosida amalga oshiriladi:

1. Taxminiy sinashlar:

2. SO_4^{2-} anionini aniqlash.

3. V grupp kationlarini aniqlash va ajratish.

4. IV grupp kationlarini aniqlash va ajratish.

5. III grupp kationlarini aniqlash va ajratish.

6. II grupp kationlarini I grupp kationlaridan ajratish va har bir kationlar gruppasidagi ionlarni sistematik analiz qilish.

3. Kationlarni umumiy va xususiy reaksiyalari yordamida ajratib, topgandan so'ng, tekshiriladigan eritmaning ikkinchi yarmidan foydalanib, anionlar analiziga kirishiladi. Bunda 7.1. da keltirilgan I-II gruppalar anionlari aralashmasini analiz qilish sxemasidan foydalaniladi.

4. Topilgan kation va anionlar haqida tegishli xulosalarga kelib qanday tarkib va tuzilishga ega bo'lgan modda topilganligi hamda uning taxminiy formulasi qanday bo'lishi to'g'risida mulohaza qilinadi.

5. Kation va anionlar aralashmasining sistematik analizi natijalarini analiz protokoli tarzida o'qituvchiga tasdiqlash uchun taqdim etiladi.

7.2. Noma'lum moddaNING analizi

Analiz uchun olingan noma'lum modda namunasi qattiq yoki suyuq holda bo'lishi mumkin. Agar namuna qattiq bo'lsa, undan 0,2-0,3 g tortib olinadi va analiz taxminiy sinashlardan boshlanadi. Bunda namunaning rangi, turli erituvchilarda eruvchilarda eruvchanligi, alanga rangining bo'yalishi, probirkada qizdirilganda hid paydo bo'lishi, kristallarning shakli va rang o'zgarishlari kuzatiladi. Kuzatishlar mikroskop ostida bajarilsa, yanada samaraliroq bo'ladi.

Taxminiy sinash davrida namunada rangsiz oq kristallar borligi kuzatilgan bo'lsa, ular rangli kation va anionlar yo'qligidan dalolat beradi. Ko'k rangli kristallar Cu tuzlari borligini bildiradi. Yashil rangli kristallar Fe^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} kationlar tuzlarining sifat belgisidir. Qora rangli namunada FeS , CuS , HgS , Hg_2S , Ag_2S , PbS kabi tuzlar bo'lishi mumkin. Agar Bi_2S_3 bo'lsa, kristallar jigarrang bo'ladi. Sariq rang Fe^{3+} va xromatlarga tegishli bo'lishi mumkin. Qizil, to'q qizil yoki pushti rangli namunada Mn^{2+} va MnO_4^- ionlari borligi ehtimoldan xoli emas.

1. Ba'zi metallarning namuna tarkibida borligini bilish uchun nixrom yoki platina sim konsentrlangan HCl kislotaga botirib tozalangach, maydalangan namunaga tegizib olinadi va gaz gorelkasi alangasiga tutiladi. Kuzatilgan samara 7.2-jadvaldagi ma'lumotlar bilan solishtiriladi.

7.2-jadval

Namunaning alanga rangini bo'yashi

Element	Alanga rangi	Element	Alanga rangi
Li	Qizil-qo'ng'ir	Ba	Sariq-yashil
Na	Sariq	Cu	Yashil
K	Binafsha	Bi	Yashil
Ca	Qizg'ish-qo'ng'ir	Pb	Havo rang
Sr	Qo'ng'ir	As	Ko'kimtir
Sb	Havo rang	B	Yashil

So'ngra namunadan chinni plastinka yoki shpatelga olib qizdirganda quyidagi moddalarning (7.3-jadval) borligi to'g'risida taxminiy xulosalar qilinadi:

Namunaning qizdirilganda o'zgarishi

G'zgarish turi	Xulosa
G'zgarmaydi	Hg, NH ₄ ⁺ tuzlari, karbonatlar, organik moddalar, kristallogidratlar uchramaydi.
Suyuqlanadi	Ishqoriy metallarning karbonatlari, perxloratlari, nitrat va nitritlari, kristallogidratlar (Na, K va Mg sulfatlari achchiqtoshlari, Na va K tiosulfatlari) bo'lishi mumkin.
Kuyadi	Organik moddalar, oksalatlar, tartratlar, sitratlar bo'lishi mumkin.
Rang o'zgarishi	Rangsizlanish – sulfidlarning oksidlanishi (CuS→CuSO ₄) ; yuqori oksidlarning parchalanishi (PbO ₂ →PbO); qorayish→CuO, Fe ₂ O ₃ , CoO, MnO ₂ larning hosil bo'lishi; yashil rang paydo bo'lishi – xrom (III) tuzlar, xromatlar borligining belgisidir.
Sublimatlanish	Rangsiz bug'lar – NH ₄ ⁺ , CO ₃ ²⁻ , S ²⁻ , ClO ₄ ⁻ tuzlari; sariq bug'lar — NO ₂ , NO ₂ ⁺ , BrO ₃ ⁻ – ko'kish bug'lar – JO ₃ , J ⁺ lar namuna tarkibida uchrashini bildiradi.

Navbatdagi qizdirish probirkada amalga oshiriladi. Probirkaning yuqori qismida sublimatlanish ammoniy tuzlarining va bir qancha organik birikmalar borligidan guvohlik beradi. Agar qizdirish jarayonida suyuqlik bug'lari ajralib, probirkaning yuqori qismida kondensatlansa, indikator qog'ozi yordamida ularning muhiti baholanadi. Kislotali muhit kuchli kislota va kuchsiz asosdan hosil bo'lgan tuzlarni, ishqoriy muhit esa kuchsiz kislota va kuchli asosdan hosil bo'lgan tuzlarning borligini bildiradi.

Agar namunaga kislota qo'shilganda gaz ajralib chiqsa, gazning xossasiga ko'ra modda tarkibiga kiruvchi anion aniqlanishi mumkin (7.4-jadval).

**Namunaga kislota qo'shilganda ajralib chiqadigan gazlarning
xossalari**

Gaz	Aniqlash usuli	Eritmadagi anion
CO ₂	Ohakli suvning loyqalanishi	CO ₃ ²⁻ , HCO ₃ ⁻
SO ₂	Kuygan oltingugurt hidi	SO ₃ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻
NO ₂	Qizil-qo'ng'ir bug'lar	NO ₂ ⁻
H ₂ S	Palag'da tuxum hidi	S ²⁻ , SO ₃ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻
CH ₃ COOH	Sirka kislota hidi	CH ₃ COO ⁻
Br ₂	Qizil-qo'ng'ir bug'lar	Br ⁻ (oksidlovchi bilan)
HCl	Bo'g'uvchi gaz, AgNO ₃ eritmasining loyqalanishi	Cl ⁻
I ₂	Ko'kintir bug'	I ⁻ (oksidlovchi bilan)
O ₂	Tutayotgan cho'g'ning alanganishi	MnO ₄ ⁻ , ClO ₄ ⁻ , Cr ₂ O ₇ ²⁻ , CrO ₄ ²⁻ , H ₂ O ₂

2. Qattiq namuna hovonchada yaxshilab maydalaniladi va eruvchanligi tekshirib ko'riladi. Agar modda suvda erisa va pH<7 bo'lsa, bu uning tarkibida erkin kislotalar, nordon tuzlar, kuchli kislota va kuchsiz asosdan hosil bo'lgan tuzlar mavjudligini ko'rsatadi. pH>7 bo'lsa, ishqorlar, asosli tuzlar, kuchli asos va kuchsiz kislotalardan hosil bo'lgan tuzlar borligini bilish mumkin.

Agar tekshiriladigan namuna qizdirilganda ham suvda erimasa, uning eruvchanligi quyidagi moddalarda tegishli ketma-ketlikda va tartibda tekshiriladi:

- 2.1. Suyultirilgan HCl da sovuq sharoitda;
- 2.2. Suyultirilgan HCl da qizdirib;
- 2.3. Konsentrlangan HCl da;
- 2.4. Suyultirilgan HNO₃ da;
- 2.5. Suyultirilgan HNO₃ da qizdirib;
- 2.6. Konsentrlangan HNO₃ da;
- 2.7. «Zar suvi»da.

Namunaning kislotalar va «zar suvi»da erimasligidan foydalanib, unda BaSO₄, SrSO₄, PbSO₄, AgCl, AgBr, AgJ, Al₂O₃, Cr₂O₃, SiO₂, silikatlar bo'lishi mumkinligi haqida xulosa qilinadi. Ularni ishqoriy metallarning gidrosulfat yoki karbonatlari ishqorlar bilan suyuqlantirib yaxlitlagandan so'ng eritmaga o'tkaziladi. Agar tekshiriladigan namunaning bir qismi suvda, bir qismi suyultirilgan kislotalarda va yana bir qismi konsentrlangan eritmalarda eriydigan bo'lsa, bo'lib-bo'lib eritish usulidan foydalaniladi va uning tarkibi 7.5-jadval asosida baholanadi.

Ba'zi birikmalarning eruvchanligi

Eruvchanligi	Uchraydigan moddalar
Kislotalar va «Zar suvi»da erimaydi	AgCl, AgBr, AgI, BaSO ₄ , SrSO ₄ , PbSO ₄ , Al ₂ O ₃ , SiO ₂
HCl da erimaydi	AgCl, Hg ₂ Cl ₂ , PbCl ₂ , PbS, Ag ₂ S, CoS, NiS, BaSO ₄ , SrSO ₄ , PbSO ₄ , Sb ₂ O ₃ , SnO ₂
HCl da eriydi	Ag ⁺ , Hg ₂ ²⁺ , Pb ²⁺
H ₂ SO ₄ da eriydi	Ca ²⁺ , Sr ²⁺ , Ba ²⁺ , Pb ²⁺
Suvda eriydi	III-V gruppada kationlarning karbonat, fosfat, sulfat va silikatlar

3. Qayd etilgan usullar asosida qattiq namuna eritmaga o'tkaziladi va uning bir qismi kationlarni, ikkinchi qismi anionlarni va uchinchi qismi turli qo'shimcha analizlar uchun ajratiladi.

4. Analiz qilinayotgan eritmaga ishqorning ta'siri tekshiriladi va uning asosida ham ba'zi xulosalarga kelinadi (7.6-jadval).

Namuna eritmasiga ishqorlarning ta'siri

Cho'kmaning rangi	Cho'kmaning mo'l ishqor va ammiakda erishi	Kationlar
Oq	Mo'l NaOH da eriydi va NH ₄ OH da erimaydi	Al ³⁺ , Pb ²⁺ , Sb ³⁺ , Sb ⁵⁺ , Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺
Oq	Mo'l NaOH va NH ₄ OH da eriydi	Zn ²⁺
Oq	Mo'l NaOH va NH ₄ OH da eriydi	Mg ²⁺ , Bi
Oq	Mo'l NaOH va NH ₄ OH da eriydi, havoda qo'ng'ir tusga kiradi	Mn ²⁺
Och yashil	Mo'l NaOH va NH ₄ OH da eriydi, havoda qo'ng'ir tusga kiradi	Fe ²⁺
Kulrang-yashil	Mo'l NaOH da eriydi, qizdirganda qayta cho'kadi, NH ₄ OH da kam eriydi	Cr ³⁺
Ko'k	Qizdirganda qorayadi, mo'l NaOH da erimaydi, NH ₄ OH da eriydi	Cu ²⁺
Sariq	Mo'l NaOH va NH ₄ OH da erimaydi	Hg ²⁺
Sarg'ish-qo'ng'ir	Mo'l NaOH da erimaydi, NH ₄ OH da eriydi	Ag ⁺

Qora	Mo'l NaOH va NH ₄ OH da eri maydi	Hg ²⁺ ₂
Qizg'ish-qo'ng'ir	Mo'l NaOH va NH ₄ OH da eri maydi	Fe ³⁺
Cho'kma yo'q		Ishqoriy metallar, NH ₄ ⁺ va As ³⁺ , As ⁵⁺ ionlar

5. Turli umumiy reaktivlarning cho'ktiruvchi ta'siridan foydalanib analizni yanada tezlatish mumkin (7.7-jadval).

7.7-jadval

Turli umumiy reaktivlarning cho'ktiruvchi ta'siri

Reaktiv	Cho'ktiriladi
Atsetatli bufer eritma	Fe ³⁺ , Al ³⁺ , Cr ³⁺
Suksinatli bufer eritma	Al ³⁺
Ammoniy benzoat	Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Fe ³⁺ , Bi ³⁺ , Sn ⁴⁺
H ₂ SO ₄	Sr ²⁺ , Ba ²⁺ , Ca ²⁺ , Pb ²⁺ , Hg ²⁺
HCl	Hg ²⁺ , Ag ⁺ , Sn ⁴⁺
BaCl ₂	F ⁻ , CO ₃ ²⁻ , CrO ₄ ²⁻ , SO ₃ ²⁻ , S ₂ O ₄ ²⁻ , SO ₄ ²⁻ , CrO ₂ ⁴⁻ , PO ₄ ³⁻ , AsO ₄ ³⁻ , JO ₃ ⁻ , JO ₄ ⁻ , C ₄ H ₄ O ₆ ²⁻
AgNO ₃	Cl ⁻ , Br ⁻ , J ⁻ , CN ⁻ , SCN ⁻ , S ²⁻ , BO ₂ ⁻ , CO ₃ ²⁻ , SO ₃ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻ , SiO ₃ ²⁻ , CrO ₄ ²⁻ , PO ₄ ³⁻ , AsO ₄ ³⁻ , JO ₃ ⁻ , C ₄ H ₄ O ₆ ²⁻
Pb(NO ₃) ₂	F ⁻ , Cl ⁻ , Br ⁻ , J ⁻ , S ²⁻ , CN ⁻ , BO ₂ ⁻ , CO ₃ ²⁻ , C ₂ O ₄ ²⁻ , SO ₃ ²⁻ , SO ₄ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻ , CrO ₄ ²⁻ , PO ₄ ³⁻ , AsO ₄ ³⁻ , JO ₃ ⁻
1 N HCl dagi kupferon	Sn ⁴⁺ , Sb ³⁺ , Fe ³⁺ , Mg ²⁺ , Ca ²⁺
Na ₂ CO ₃	Sr ²⁺ , Ba ²⁺ , Al ³⁺ , Sn ²⁺ , Pb ²⁺ , Sb ³⁺ , Bi ³⁺ , Cr ³⁺ , Mn ²⁺ , Fe ²⁺ , Fe ³⁺ , Co ²⁺ , Zn ²⁺ , Ni ²⁺ , Cu ²⁺ , Ag ⁺ , Cd ²⁺ , Hg ²⁺
Na ₂ HPO ₄	Yana shu ionlar
(NH ₄) ₂ S	Yana shu kationlar (Mg ²⁺ , Ca ²⁺ , Sr ²⁺ , Ba ²⁺ dan tashqari)
NaOH	Yana shu kationlar
Mo'l NaOH da eriydi	Al ³⁺ , Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺ , Pb ²⁺ , Sb ³⁺ , Cr ³⁺ , Zn ²⁺
Mo'l NH ₄ OH da eriydi	Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Cu ²⁺ , Ag ⁺ , Zn ²⁺ , Cd ²⁺
(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄	Ca ²⁺ , Sr ²⁺ , Ba ²⁺ , Hg ²⁺ , Pb ²⁺ , Bi ³⁺ , Cu ²⁺
CH ₃ COONH ₄	Bi ³⁺ , Sb ³⁺ , Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺ , Cr ³⁺ , Fe ³⁺
KJ	Ag ⁺ , Pb ²⁺ , Hg ²⁺ , Hg ²⁺ , Cu ²⁺ , Sb ³⁺ , Bi ³⁺
K ₂ CrO ₄	Ag ⁺ , Pb ²⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺ , Hg ²⁺ , Hg ²⁺ , Co ²⁺ , Sn ²⁺ , Ni ²⁺ , Zn ²⁺ , Mn ²⁺ , Fe ²⁺ , Fe ³⁺ , Bi ³⁺ , Sb ³⁺ , Sn ⁴⁺ , Cr ³⁺ , Al ³⁺ , Ba ²⁺ , Sr ²⁺ , Ca ²⁺ , Mg ²⁺

VIII BOB

8. ORGANIK MODDALARNING SIFAT REAKSIYALARI

Organik moddalarning kimyoviy analizida ayrim organik moddalar va ularning aralashmalarini funksional gruppalar bo'yicha topish va aniqlash mumkin. Turli organik moddalar tarkibiga bir yoki bir necha funksional gruppalar kiradi. Shu funksional gruppalardan biri yoki bir nechasi bo'yicha organik moddaning tabiatini bilish mumkin. Bunda ayrim hollarda moddani to'liq identifikatsiya qilish mumkin bo'lsa, ayrim hollarda qo'shimcha tekshirishlar ham o'tkazishga to'g'ri keladi. Murakkab tuzilishli organik moddalarni kimyoviy usullar yordamida ko'pincha bilish qiyin bo'ladi, chunki funksional gruppalar o'zaro bir-biri bilan ta'sirlashishi ham mumkin. Ko'pchilik hollarda funksional analizni amalga oshirish boshqa tekshirishlarni ancha soddalashtiradi, shuning uchun ham funksional analiz organik moddalar analizining tarkibiy qismini tashkil etadi. Organik moddalarni to'liq va aniq bilib olishda struktur analiz usullaridan foydalaniladi.

Ko'pincha organik moddalarning sifat analizida funksional gruppalarni topish orqali organik moddaning qaysi sinfga taalluqliligi, uning tarkibida qanday elementlar borligi aniqlanadi.

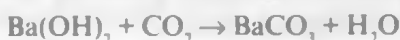
8.1. Organik moddalarning sifat element analizi

Organik moddalar tarkibida ikkita yoki undan ortiq element atomi bo'lib, ular: uglerod va vodorod (uglevodorodlar), uglerod, vodorod va kislorod (spirtlar, aldegidlar, ketonlar, kislotalar, efirlar, uglevodlar va boshqalar), uglerod, vodorod va azot (aminlar) uglerod, vodorod, kislorod, azot (aminokislotalar, oqsillar, nitrobirikmalar va boshqalar)dan tashkil topishi mumkin.

Organik moddalarning element analizi (qanday elementlardan iboratligini topish) ularni anorganik moddalarga aylantirgandan keyin amalga oshiriladi.

Organik modda tarkibidagi elementlarni topish asosan uglerod, azot, oltingugurt, galogenlar va boshqa ayrim elementlarning borligini tekshirishga qaratiladi.

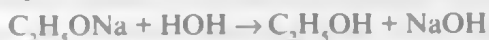
Uglerodni topishda probirkaga mis (II) oksidning kukuni va saxaroza taxminan 10 mm qalinlikda solinib, yaxshilab aralashtiriladi. Probirkaning yuqori qismiga biroz momiq joylashtirib, uning ustiga suvsizlantirilgan CuSO_4 sepiladi. Probirkani gaz chiqarish nayi o'rnatilgan tiqin bilan bir uchini momiqqa tegizgan holda berkitib, ikkinchi uchini 0,5 ml bariy gidroksid suvi solingan boshqa probirkaga tushiriladi. Tekshiriladigan modda solingan probirka qizdirilganda, ajralib chiqayotgan karbonat angidrid barit suvini loyqalantiradi, suv bug'lari esa suvsiz mis sulfatni ko'kartiradi:



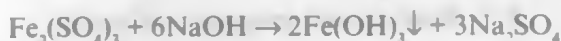
Azotni topish uchun quruq probirkaga 5-10 g mochevina va biroz tozalangan natriy metali solinadi (*ehtiyotlik bilan ishlash tavsiya qilinadi*). So'ngra probirka ehtiyotlik bilan bir jinsli qotishma hosil bo'lguncha sekin qizdiriladi. Bunda organik modda bilan natriy ta'sirlashishidan NaCN hosil bo'ladi. Probirka sovigandan so'ng unga 5 tomchi etanol tomiziladi:



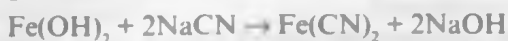
Gaz ajralishi to'xtagandan keyin probirkaga 5 tomchi suv tomiziladi va qizdiriladi:



Keyin probirkaga bir tomchidan fenolfstalein va FeSO_4 eritmasi tomiziladi. Qirmizi rangning paydo bo'lishi ishqor hosil bo'lganligini ko'rsatadi. Probirkada loyqa eritma bo'ladi:



Shu loyqa eritmadan filtr qog'ozining o'rtasiga bir tomchi tomizilib, unga bir tomchi 2 N HCl eritmasi tomiziladi.



Ko'k dog' azot borligini ko'rsatadi.

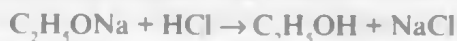
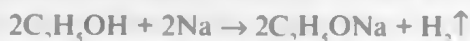
Oltinugurtni topish uchun quruq probirkaga sulfanil kislota kristallaridan bir nechtasini solib, unga natriy metali parchasi ehtiyotlik

bilan tashlanadi va vertikal holda turgan probirka qizdiriladi. Probirka sovigandan keyin unga 5 tomchi etanol tomiziladi. Gaz ajralishi to'xtashi bilan unga 5 tomchi suv tomiziladi va probirkadagi aralashma qaynatiladi. Ko'mirning qorasi analizga xalaqit berganligi uchun suyuqlikdan filtr qog'ozining ikki joyiga bir tomchidan tomiziladi. Suyuqlik tomizilgan rangsiz joyning biriga qo'rg'oshin atsetat eritmasi, ikkinchisiga natriy nitroprussid eritmasi tomiziladi. Qo'rg'oshin atsetat tomizilgan joyda to'q qo'ng'ir (qora) dog' paydo bo'ladi:

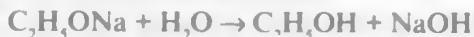


Natriy nitroprussid tomizilgan joyda esa hosil bo'lgan qizil-binafsha rang sekin o'zgara boradi.

Xlorni topish uchun probirkaga bir tomchi xloroform, 5 tomchi etanol va natriy metalli parchasi solinadi:



Gaz ajralishi to'xtagach, probirkaga 2-3 tomchi suv tomiziladi:



Eritmaning pH qiymatini kamaytirish uchun eritmaga 2-3 tomchi konsentrlangan nitrat kislota eritmasi solinadi. So'ngra unga bir tomchi 0,1 N kumush nitrat eritmasi tomiziladi. Organik birikmada xlor bo'lsa, oq cho'kma hosil bo'ladi:

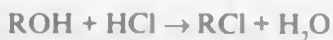


8.2. Funksional gruppalarni topish

Funksional gruppalarni topish orqali organik moddaning qaysi sinfga kirishi aniqlanadi.

Gidroksil gruppalarni topish uchun turli reaksiyalardan foydalanish mumkin. Reaksiyalarni tanlash gidroksil gruppaning qanday modda tarkibi ekanligiga bog'liq.

Spirtlarni topish uchun ularning rux xlorid ishtirokidagi xlorid kislota bilan bo'lgan reaksiyalaridan foydalanish mumkin. Konsentrlangan xlorid kislota rux xlorid ishtirokida uchlamchi spirtlar bilan tez, ikkilamchi spirtlar bilan sekinroq va birlamchi spirtlar bilan sekin ta'sirlashadi va alkanilxloridlar hosil qiladi:



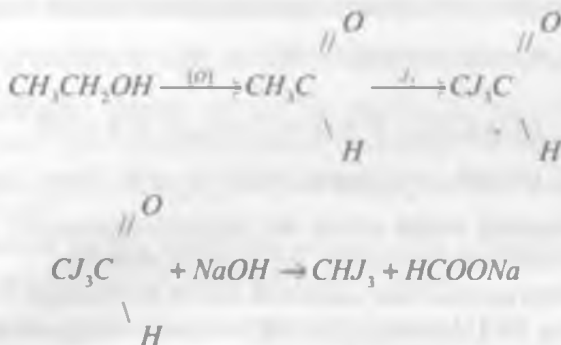
Reaksiyani bajarish uchun 1,6 g ZnCl_2 bir ml konsentrlangan xlorid kislotada eritiladi. Sovigan eritma uchta raqamlangan probirkaga bo'lib solinadi. Birinchi probirkaga birlamchi, ikkinchi probirkaga ikkilamchi va uchinchi probirkaga uchlamchi spirtidan 4-5 tomchidan tomizib, aralashmalar yaxshilab tez aralashtirilgandan keyin suvli stakanda 25-30 °C haroratda saqlanadi. Probirkadagi eritma xloralkanlar hosil bo'lishi natijasida sekin loyqalana boradi. Loyqalanish vaqtiga qarab, spirtlarni farqlash mumkin.

Ko'p atomli spirtlarni topish uchun mis gidroksid cho'kmasining erishidan foydalaniladi.

Reaksiyani bajarish uchun mis gidroksid cho'kma hosil qilinib, unga ko'p atomli spirt (glitserin) qo'shiladi, bunda ko'k cho'kma erib ketadi va to'q ko'k yoki binafsha rangli eritma hosil bo'ladi:



Etil spirtni topish uchun eng selektiv reaksiya sifatida ishqoriy muhitdagi yod bilan yodoform hosil bo'lish reaksiyasini keltirish mumkin:



Reaksiyani bajarish uchun kolbaga ketma-ket 5 ml suv, 2-3 tomchi etanol, 10 ml 1 N NaOH va 10 ml yod (1,27 g yod va 1,65 g KJ ni 100 ml suvda eritib hosil qilinadi) eritmasi solinadi va aralashma sariq rangli o'ziga xos hidli yodoform cho'kma hosil bo'lguncha qizdiriladi. Shu tarzda izopropil va boshqa spirtlarni aniqlash mumkin.

Fenol va naftollarni topish uchun temir (III) xlorid va nitrit kislota bilan bo'lgan reaksiyalardan foydalanish mumkin.

1. Temir (III) xlorid bilan bo'lgan reaksiyada fenol kompleks birikma hosil qiladi:



Bunda fenol yorqin binafsha, pirogallol qo'ng'ir-qizil, pirokatexin – yashil rangli (suv bilan kuchli suyultirganda binafsha-ko'k) eritma hosil qiladi. Hidroksinon oldin yashil, keyin qo'ng'ir rangga kiradi va undan to'q yashil rangli ninasimon xingidron cho'kma hosil bo'ladi. α -Naftol ham oldin yashilroq rangli bo'lib, keyin undan oq rangli suzib yuradigan cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma vaqt o'tishi bilan binafsha rangga kiradi. β -Naftol eritmasidan cho'kma sekin tushadi.

Reaksiyani bajarish uchun 5-6 tomchi tekshiriladigan modda eritmasiga 1-1,5 ml suv va 3-5 tomchi temir (III) xlorid eritmasi qo'shiladi.

2. Liberman reaksiyasi. Fenol va fenol hosilalarining 4-5 tomchi eritmasi bug'latiladi va unga 1 % li natriy nitritning konsentrlangan sulfat kislotadagi eritmasidan 4-5 tomchi qo'shiladi. Oradan 3-4 daqiqa o'tgach, bir tomchi suv qo'shiladi va 4 N NaOH eritmasi ta'sirida ishqoriy muhit hosil qilinadi. Fenol ishtirokida eritma binafsha-ko'k rangga kiradi. Bu rang oldin qizilga, keyin esa yashilga o'tadi.

Sodir bo'lgan reaksiyalarni quyidagicha tasvirlash mumkin:



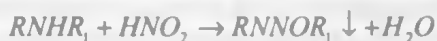
Nitrogruppni topish uchun uni aminogruppagacha qaytarish yoki diazotlash reaksiyalaridan foydalanish mumkin.

1. Aminogruppagachani qaytarish uchun probirkaga 3-4 tomchi nitrobirikma, 10-15 tomchi 25 % li HCl eritmasi va rux metali parchasi solinadi. Natijada shiddatli reaksiya boshlanib, u sekinlashganda aralashma suv hammomida nitrobirikmaning hidi yo'qolguncha qizdiriladi. Sovigandan keyin hosil bo'lgan eritmaning bir necha tomchisi xlorli ohakning ishqoriy eritmasiga qo'shilganda, xira binafsha rang paydo bo'ladi. Reaksiya natijasida nitrogruppaga aminogruppaga aylanadi:



2. Diazotlash reaksiyasi. 2 ml 10 % li NaOH eritmasiga 5 tomchi tekshiriladigan modda eritmasi qo'shiladi va 3 daqiqa qoldiriladi. So'ngra unga 1 ml natriy nitrat qo'shilgach, 10 % li sulfat kislota eritmasi tomchilab solinganda, diazotlash mahsulotining rangi paydo bo'ladi. Birlamchi nitroalkanlar to'q sariq yoki qizil, ikkilamchi nitroalkanlar ko'k rang beradi, uchlamchi nitroalkanlar esa rang bermaydi.

Reaksiya tenglamasi:



Hosil bo'lgan cho'kmaning bir qismi fenol bilan yaxlitlansa va olingan qorishmaga 1 ml konsentrlangan sulfat kislota qo'shilsa, yashil rang paydo bo'ladi. Unga 50 ml suv qo'shish eritmani pushti rangga, olingan aralashmaga ishqor qo'shish esa ko'k yoki yashil rangga bo'yaydi.

Pikrin kislalani topish uchun uning bir necha kristallariga 3-4 ml soda eritmasi va 0,1-0,2 g glyukoza kukuni qo'shiladi. Aralashma 2-3 daqiqa qaynatilsa, to'q sariq eritma sekin-asta qizil qon rangiga o'taboradi. Agar sovutilgan suyuqlik sulfat kislota bilan kislotali muhitga o'tkazilsa, qizil rang to'q sariqqa o'zgaradi.

Ishqoriy muhitda oson oksidlanadigan glyukoza pikrin kislota nitrogruppalaridan bittasini aminogruppagacha qaytaradi:



Aldegidlarni topish uchun bir necha xil reaksiyalardan foydalaniladi. Ular qatorida kumush reaksiyasi, fuksinsulfit kislota va mis gidroksid bilan bo'lgan reaksiyalar muhim ahamiyatli reaksiyalardir.

1. Kumush ko'zgu reaksiyasi aldegidlarni ammiakli muhitda kumush oksidi ta'sirida oksidlashga asoslangan:



Reaksiyani bajarish uchun toza probirkaga kumush oksidning 5 ml ammiakli eritmasi va biroz aldegid solinadi va probirka suv hammomida 60-70 °C qizdiriladi. Probirka devorlarida kumush ko'zgu hosil qiladi.

2. Fuksinsulfit kislota bilan aldegid aralashmasi chayqatilganda qizil yoki binafsha rang paydo bo'ladi.

Fuksinsulfit kislotani olish uchun fuksinning 0,025 % li eritmasi orqali SO_2 eritma rangsizlanguncha o'tkaziladi. SO_2 o'rniga NaHSO_3 ni ishlatish ham mumkin. Bunda 1 l suvda 1 g fuksin eritiladi va filtrlanadi. Filtratga 30 % li NaHSO_3 eritmasidan 20 ml qo'shiladi. Eritma qariyb rangsizlanguncha unga 10 ml konsentrlangan HCl qo'shiladi. Tayyor eritma qora yoki qo'ng'ir rangli idishda saqlanadi.

3. Mis (II) gidroksid aldegidlar bilan ta'sirlashganda oldin sariq rang, keyin qizil rang paydo bo'ladi. Probirkaga 4-5 ml 0,5 N CuSO_4 eritmasi, 4-5 ml 1 N NaOH solinganda ko'k rangli cho'kma tushadi. Shu cho'kma ustiga aldegid eritmasidan 2-3 tomchi qo'shilsa, birozdan so'ng sariq cho'kma hosil bo'lganligini ko'ramiz. Sariq cho'kma vaqt o'tishi bilan qizaradi.

Reaksiya tenglamasi:



Aminogruppani topish uchun sulfat kislotali muhitda kaliy dixromat yoki ishqoriy muhitda xloroform ta'sirida sodir bo'ladigan rangli reaksiyalardan foydalanish mumkin.

1. Kaliy dixromat sulfat kislotali muhitda aromatik aminlar bilan rangli mahsulotlar hosil qiladi. Masalan, anilin shu sharoitda qora rangga bo'yaladi.

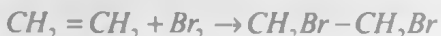
2. Xloroform ishqoriy muhitda birlamchi aromatik aminlar bilan badbo'y hidli izonitril hosil qiladi.

Reaksiyani hajarish uchun aminning 1-2 tomchisiga 1 ml 0,5 N NaOH ning spirtli eritmasi va 2-3 tomchi xloroform qo'shiladi.

To'yinmagan uglevodorodlarga xos reaksiyalar. To'yinmagan uglevodorodlar bromli suv, kaliy permanganat, surma (III) xlorid va xlorofm, tetranitrometan singari reagentlar bilan rangli mahsulotlar hosil qiladi.

1. Bromli suv orqali gazsimon to'yinmagan uglevodorod o'tkazilsa, bromli suvning qizg'ish rangi yo'qoladi. Reaksiyani oz miqdor organik modda bilan o'tkazish uchun bromli suv suyultirilgan bo'lishi kerak.

Reaksiya tenglamasi:



2. Kaliy permanganat ishqoriy muhitda to'yinmagan uglevodorodlar bilan ta'sirlashganda, eritmaning binafsha-pushti rangi yo'qoladi va qo'ng'ir rangli MnO_2 cho'kadi:



3. *Kaliy permanganat* kislotali muhitda to'yinmagan uglevodorod bilan ta'sirlashganda to'liq rangsizlanadi.

Reaksiyani bajarish uchun kaliy permanganatning 1-2 ml 0,1 % li eritmasiga ishqor yoki kislota qo'shib, undan to'yinmagan uglevodorod o'tkaziladi. Agar u suyuq bo'lsa, shu eritmaga rangsizlanguncha tomchilab qo'shib turiladi.

4. *Surma (III) xlorid*ning xloroformdagi 30 % li eritmasiga tekshiriladigan modda ta'sir ettirilganda, eritma sariq, qizil yoki qo'ng'ir rangga bo'yaladi.

5. *Tetranitrometanning* 2 tomchisi tekshiriladigan modda bilan chinni mikrotigelda astoydil aralashtirilsa, aralashma sariq yoki sariq-qo'ng'ir rangga bo'yaladi.

Ayrim funksional gruppalarni topishda qo'llaniladigan maxsus reagentlar 8.1-jadvalda keltirilgan, bu reaksiyalarning topish chegarasi 0,4 mkg/mkl. Bu usullar moddalarning suyultirilgan azot haroratida kondensirlangan nanogramm miqdorlarini topishda ham ishlatiladi. Shu tariqa oddiy efirlar, spirtlar, fenollar va karbonilli birikmalar tegishli uglevodorodlarga aylantirilib, so'ngra gaz xromatografiyasi usullari yordamida tekshiriladi.

8.1-jadval

Ayrim funksional gruppalarni topishda qo'llaniladigan
maxsus reagentlar

Topiladigan birikma	Reagent	Reaksiya belgisi
Spirtlar	$K_2Cr_2O_7-HNO_3$	Havorang eritma
	$Ce(NO_3)_4$	Sariq rangli eritma
Aldegidlar	2,4-Dinitrofenilgidrazin Shiff reagenti	Sariq cho'kma Pushi rangli eritma
Ketonlar	2,4-Dinitrofenilgidrazin	Sariq cho'kma
Murakkab efirlar	Temir (III) gidroksamat	Qizil rangli eritma
Merkaptanlar	Natriy nitoprussid	Qizil rangli eritma
	Izatin	Yashil rangli eritma
	Qo'rg'oshin atsetat	Sariq cho'kma
Sulfidlar	Natriy nitoprussid	Qizil rangli eritma
Disulfidlar	Natriy nitoprussid	Qizil rangli eritma
	Izatin	Yashil rangli eritma
Aminlar	Ginsberg reagenti	To'q sariq rangli eritma
	Natriy nitoprussid	Qizil rangli eritma
Nitrillar	Temir (III) gidroksamat- propilenglikol	Qizil rangli eritma
Aromatik birikmalar	$HCHO-H_2SO_4$	Qip-qizil rangli eritma
Alifatik birikmalar	$HCHO-H_2SO_4$	Qip-qizil rangli eritma
Alkil galogenidlar	$AgNO_3$ ning spirtli eritmasi	Oq cho'kma

8.3. Ayrim organik moddalarni topish

Sirka kislota va atsetatlarni topish uchun tekshiriladigan modda eritmasidan bir tomchi olib, biroz quruq kalsiy karbonat bilan aralashtiriladi. Hosil qilingan suspenziya sekin qizdirilgan holda quritiladi. Probirkaning teshigi 20 % li morfolin va 5 % li natriy nitroprussidning teng hajmlari aralashmasidan tayyorlangan reagent bilan ho'llangan filtr qog'ozi bilan yopiladi. Sirka kislota ishtirokida qog'ozda ko'k rang paydo bo'ladi. Formiatdagi atsetatni topish uchun kalsiy karbonatsiz qattiq modda ham qizdiriladi.

Mochevinani topish uchun probirkadagi bir tomchi tekshiriladigan eritmaga bir tomchi natriy gipoxlorit va 1 tomchi 20 % li natriy ishqori eritmasi qo'shiladi. Qaynoq suv hammomida 3 daqiqa qizdirgandan so'ng aralashma sovitiladi va sirka kislota yordamida kislotali muhitga o'tkaziladi. Cho'kma yoki loyqaning hosil bo'lishi hamda ultrabinafsha nur ta'siridan sariq-yashil fluoressensiyaning paydo bo'lishi mochevina borligini ko'rsatadi.

Formaldegidni topish uchun 1 tomchi tekshiriladigan eritma tomchi probirkasida 2 ml 12 N H_2SO_4 bilan aralashtiriladi. Aralashmaga ozgina xromotrop kislota qo'shib 10 daqiqa qizdirganda, binafsha rang paydo bo'ladi.

Uglevodlarni topish uchun mikrotigelga 1 tomchi tekshiriladigan eritma, 2 tomchi 0,5 % li trifeniltetrazoliy xlorid va bir tomchi 0,5 N NaOH eritmali solinib, aralashma 2 daqiqa qaynatilsa, qizil rang yoki qizil cho'kma hosil bo'ladi.

Azobo'yoqlarni topish uchun tekshiriladigan modda marganets (IV) oksid bilan teshigi Griss reaktivi bilan ho'llangan filtr qog'ozi bilan yopilgan probirkada kuydiriladi. Azobo'yoqdan ajralayotgan azot qog'ozdan o'tganda 1-2 daqiqa davomida qizil yoki pushti rang paydo bo'ladi.

Etanolni topish uchun mikroprobirkadagi tekshiriladigan eritmaga 1 tomchi kaliy permanganatning kislotali eritmasi qo'shiladi va yaxshilab chayqatiladi. Probirkaning og'zi 5 % li natriy nitroprussid va 20 % li morfolin eritmasi tomchisi bilan ho'llangan filtr qog'oz bilan berkitiladi. Qog'ozda etanol miqdoriga mos ravishda intensivligi har xil bo'lgan ko'k dog' paydo bo'ladi.

Erituvchilardagi etanolni topish uchun probirkada 1-2 tomchi tekshiriladigan benzol, xloroform, geksan, motor moyi va boshqa erituvchilar kaliy permanganatning suyultirilgan (1:1) sulfat

kislotadagi I tomchi eritmasi bilan aralashtiriladi. Probirkaning og'zi yuqoridagi aralashma bilan ho'llangan filtr qog'ozi bilan yopiladi. 1-3 daqiqa da qog'oz ko'karadi.

Sirka aldegidni topish uchun I tomchi tekshiriladigan eritmaning tomchi plastinkasiga yoki filtr qog'oziga tomiziladi. So'ngra tomchi ustiga natriy nitroprussid va morfolin aralashmasidan I tomchi tomiziladi. Bunda ko'k dog' paydo bo'ladi.

Parafin yoki vazelindagi yuqori molekulyar karbon kislotalarni topish uchun probirkada tekshiriladigan moddaning benzoldagi I tomchi eritmasiga I tomchi rodamin B ning benzoldagi to'yingan eritmasidan aralashtiriladi. So'ngra I tomchi uranil atsetat yoki nitratning 1 % li eritmasidan I tomchi qo'shib, chayqatiladi. Benzol qatlami qizil yoki to'q sariq rangga kiradi. Ultrabinafsha nurda to'q sariq fluoressensiya kuzatiladi.

Anilinni topish uchun probirkaga I tomchi nitrobenzol, 3 tomchi konsentrlangan xlorid kislota va rux metalining mayda parchasi tushirilib, chayqatilganda reaksiya shiddatli bo'ladi. Reaksiyaning shiddati pasayganda, probirkadagi aralashma rux erib ketguncha sekin qizdiriladi. Bunda hosil bo'lgan anilin xlorid eritmasidan I tomchidan olib, shisha plastinkaning ikki joyiga tomizib, ulardan biriga $K_2Cr_2O_7$, ikkinchisiga xlorli ohak tomchilari tomizilganda, birinchisida to'q ko'k, ikkinchisida to'q binafsha rang paydo bo'ladi.

Difenilaminni topish uchun probirkaga I tomchi konsentrlangan nitrat kislota solib, suv bilan qariyb to'lguncha suyultiriladi. Olingan eritmaning I tomchisi shisha plastinkadagi difenilaminning sulfat kislotadagi eritmasi yoniga tomiziladi. Tomchilarning tutashgan joyida ko'k rangli difenilbenzidin hosil bo'ladi.

Organik erituvchilardagi peroksidlarni topish uchun erituvchining I tomchisi kaliy yodid va kraxmal bilan ishlangan indikator qog'oziga tomiziladi. Erituvchi bug'lanib ketgandan keyin peroksid indikatorida qo'ng'ir dog' qoldiradi, bu dog' suv bilan ho'llanganda ko'karadi. Agar organik erituvchi tomchisi n-fenilendiamin bilan ishlangan qog'ozga tomizilsa, qog'ozda yorqin ko'k dog' paydo bo'ladi.

8.4. Ayrim polimerlar tarkibidagi geteroatomlarni topish

Polimerni analizga tayyorlash uchun 50-100 mg miqdordagi mumkin qadar yaxshiroq maydalangan namunaga natriy yoki kaliy metalining

no'xatdek parchasi ehtiyotlik bilan (himoya ko'zoynagi kiying) pinset yordamida qo'shiladi. So'ngra shisha naydagi aralashma ehtiyotlik bilan metall suyuqlanguniga qadar gorelka alangasida qizdiriladi (namuna suvsiz bo'lishi shart, aks holda portlab ketishi mumkin). Qizarib turgan nay ehtiyotlik bilan sekin 10 ml suv solingan stakanga tushiriladi. Bunda nayni uchi sinadi va reaksiya mahsulotlari eritmaga tushadi. Aralashma shisha tayoqcha yordamida ehtiyotlik bilan reaksiya to'xtaguncha aralashtiriladi. Eritma qariyb rangsiz bo'ladi. Uni filtrlab ajratgandan so'ng keyingi analizlar uchun ishlatilishi mumkin.

Azotni topish uchun temir (II) sulfatning parchasi tekshiriladigan eritma bilan qizdiriladi. Sovitilgan eritmaga 1,5 % li temir (III) xlorid eritmasidan bir necha tomchi qo'shib, suyultirilgan xlorid kislota eritmasi bilan kislotali muhitga keltiriladi. Natijada azot ishtirokida berlin lazuri cho'kmasi tushadi. Agar azot kam bo'lsa, och yashil eritma hosil bo'lib, undan cho'kma tushishi uchun bir necha soat vaqt ketadi. Azot bo'lmasa, eritma sariqligicha qoladi.

Poliamid, poliuretan, aminoplast, poliakrilonitril, polivinilkarbazol, polivinilpirrolidon, polikarbamid, selluloza nitratlari va nitroloklarda azot bo'ladi.

Oltinugurtni topish uchun bir necha reaksiyalardan foydalanish mumkin.

1. Tekshiriladigan polimer eritmasiga 1 % li natriy nitroprussid eritmasi qo'shiladi. Oltinugurt ishtirokida yorqin binafsha rang paydo bo'ladi.

2. Tekshiriladigan polimer eritmasini sirka kislota bilan kislotali muhitga keltirib, bir necha tomchi 2 N qo'rg'oshin atsetat eritmasi tomizilsa, qora PbS cho'kmasi tushadi.

Polialkilsulfid, vulkanizatsiya uchun kauchuk, polisulfon, tiomochevinoformaldegid smola, sulfurlangan polietilen kabi polimerlarda oltinugurt bo'ladi.

Ftorni topish uchun tekshiriladigan eritmaga xlorid yoki sirka kislota qo'shib, kislotali muhitga keltiriladi. Eritmaga 1 N CaCl₂ eritmasi qo'shilsa, suzmasimon kalsiy ftorid cho'kma hosil bo'ladi.

Xlor va boshqa galogenlarni topish uchun tekshiriladigan eritma nitrat kislota bilan kislotali muhitga keltiriladi va unga 2 % li kumush nitrat eritmasi qo'shiladi. Oq suzmasimon mo'l ammiakda eriydigan cho'kmaning hosil bo'lishi xlorning borligini ko'rsatadi. Cho'kma och sariq bo'lib, ammiakda qiyin erisa, brom bo'ladi. Sariq, ammiakda erimaydigan cho'kma yodning borligini ko'rsatadi.

Polivinilxlorid, xlorli polietilen, kauchuk gidroxlorid va boshqa polimerlarda xlor bor.

Fosforni topish uchun tekshiriladigan eritma nitrat kislota bilan kislotali muhitga keltiriladi va unga 30 g ammoniy molibdatni 60 ml issiq suvda eritib tayyorlangan reagentdan qo'shiladi. Fosfor ishtirokida birozdan so'ng sariq cho'kma tushadi.

Fosfor yumshatuvchi, barqarorlashtiruvchi va himoyalovchi vositalarga qo'shiladi.

Kremniyni topish uchun kichikroq nikel tigelga 30-50 mg polimer, 100 mg quruq natriy karbonat, 10 mg natriy peroksid (ehtiyotkorlik bilan) solinib, sekin aralashtiriladi va gorelka alangasida asta-sekin suyuqlantiriladi. Sovitilgan qoldiq bir necha tomchi suvda eritiladi va qaynatilib, suyultirilgan nitrat kislota bilan kuchsiz kislotali yoki neytral muhitga keltiriladi. So'ngra unga 1 tomchi molibdat eritmasi qo'shiladi va qariyb qaynaguncha qizdiriladi. Sovitilgan aralashmaga 1 tomchi benzidin va 1 tomchi to'yingan natriy atsetat eritmalari qo'shilganda, kremniy ishtirokida ko'k rang paydo bo'ladi.

8.5. Ayrim polimerlarni topish

Polimer namunasidan bir necha milligrammini 2 ml sirka angidridda qizdirib turgan holda eritib yoki suspenziya hosil qilib, sovitilgan aralashmaga 3 tomchi 50 % li sulfat kislota qo'shib, 10 daqiqa qoldirilsa va yana 100 °C gacha qizdirilganda, rangli reaksiyalar kuzatiladi. Bu reaksiyalar deyarli selektiv bo'lmasa-da, polimerlarni topishda ishlatilishi mumkin. 8,2-jadvalda ayrim polimerlarning rangli reaksiyalari keltirilgan.

8.2-jadval

Ayrim polimerlarning rangli reaksiyalari

Polimer	Sulfat kislota qo'shilgandan keyingi rang		
	Darhol	10 daqiqadan keyin	100 °C qizdirganda
Fenolli smolalar	Qizil-binafsha, pushti	Qo'ng'ir	Qo'ng'ir-qizil
Polivinil spirt	Rangsiz yoki sarg'ish	Rangsiz yoki sarg'ish	Yashil-qora, to'q yashil
Polivinilatsetat	Rangsiz yoki sarg'ish	Ko'k-kulrang	To'q qo'ng'ir

Xlorkauchuk	Sariq-qo'ng'ir	Sarg'ish-qo'ng'ir	Qizg'ish, sariq-qo'ng'ir
Epoksid smolalar	Rangsizdan sariqqacha	Rangsizdan sariqqacha	Rangsizdan sariqqacha
Poliuretanlar	Limonsimon sariq	Limonsimon sariq	Qo'ng'ir, yashil fluoressensiya

Poliolefinlarni topish uchun polimer namunasi 1 ml konsentrlangan sulfat kislotağa 8 ml suv va 0,5 g HgO aralashtirilgan eritmaga shimdirilgan filtr qog'ozı bilan berkitilgan nayda qizdiriladi. Bir necha daqiqadan so'ng poliizobutilen, butilkauchuk va polipropilen sariq, tabiiy va nitril kauchuk, polibutadiyen qo'ng'ir dog' hosil qiladi.

Polistirol, stirol-butadiyen, akrilonitril-stirol-butadiyenlarni topish uchun probirkadagi kamroq namunaga 4 tomchi tutovchi nitrat kislota qo'shib, quriguncha (parchalanishgacha yetkazmay) bug'latiladi. Qoldiqli probirka qiya holatda 1 daqiqa davomida past alangada qizdiriladi. Probirkaning og'zi 2,6-dibromxinon-4-xlorimidning efirdagi konsentrlangan eritmasi bilan ho'llangan va havoda quritilgan filtr qog'ozı bilan berkitiladi. Agar filtr qog'ozı ammoniy xloridning suyultirilgan eritmasi bilan ho'llansa, ko'k dog' paydo bo'ladi. Namunada erkin xlorid kislota bo'lganda, ko'k rangni niqoblaydigan qo'ng'ir rang paydo bo'ladi.

Poliakrilonitrilni topish uchun usti quyidagicha tayyorlangan reaktiv shimdirilgan filtr qog'ozı bilan yopilgan chinni kosachadagi namunaning rux kukuni bilan aralashmasi 25% li sulfat kislota ning bir necha tomchisi qo'shib qizdiriladi. Natijada havorang dog' paydo bo'ladi.

1,0 l suvda 2,86 g mis atsetat eritilib, birinchi (A) eritma tayyorlanadi. 100 ml sirka kislota da 14 g benzidinni eritganda hosil bo'lgan eritmaning 67,5 ml ga 52,5 ml suv qo'shib ikkinchi (B) eritma tayyorlanadi. Analizni boshlashdan oldin A va B eritmalar 1:1 nisbatda aralashtiriladi.

Polivinilatsetat, uning sopolimerlari va selluloza atsetatini topish uchun namunaning biroz miqdori bug'larini suv bilan ho'llangan momiq paxtada ushlagan holda piroliz qilinadi. Momiq paxta yuviladi va yuvindi suvning bir necha tomchisi tomchi plastinkasiga yoki probirkaga joylashtirilib, unga ketma-ket 3-4 tomchi 5% li lantan (III) nitrat, 1 tomchi 0,1 N yod va 1-2 tomchi konsentrlangan ammiak eritmasi qo'shiladi. Bunda polivinilatsetat to'q ko'k yoki qariyb qora rang beradi. Suv bilan yuvganda bu rang kuchayadi. Poliakrilat qizil rang beradi. Polivinilatsetat 0,01 N kaliy yodiddagi yod eritmasi bilan qirmizi-qizil rang beradi.

Polikarbonatlarni topish uchun polimer namunasi kaliy gidroksidning 1 % li spirtli eritmasi bilan ishlanadi. Cho'kma filtrlanadi va filtratga suyultirilgan sulfat kislota qo'shib, kislotali muhit hosil qilinadi. Ajralib chiqayotgan karbonat angidrid baritli suvdan o'tkazilganda oq cho'kma tushadi.

Polivinil spirtni topish uchun polimerning 5 ml suvdagi eritmasiga 2 tomchi 0,1 N yod eritmasidan tomiziladi. Suv bilan suyultirganda rang yaxshiroq ko'rinadi. Shu eritmaning 5 ml ga ozgina bura (natriy tetraborat) kristallaridan qo'shib, chayqatgandan so'ng 5 ml konsentrlangan xlorid kislota qo'shilsa, yorqin yashil rang paydo bo'ladi. Reaksiyaga kraxmal va dekstrin xalaqit beradi.

Anilinli smolalarni topish uchun namunaning biroz miqdori gaz chiqarish nayi bo'lgan probirkada piroliz qilinadi. Ajralib chiqayotgan bug'lar xlorli ohak eritmasi orqali o'tkazilganda qizil-binafsha yoki binafsha rang paydo bo'ladi.

Epoksid smolalarni topish uchun kuydirish nayidagi namunani 240 °C gacha moy hammomida qizdirib, ajralib chiqayotgan bug'lar 5 % li natriy nitroprussid eritmasi bilan ho'llangan filtr qog'ozga yuttirilsa, ko'k rang paydo bo'ladi. Boshqa usulda 10 ml sulfat kislodata eritilgan 100 g smolaga 1 ml konsentrlangan nitrat kislota va 5 daqiqadan keyin eritmaga 5 % li natriy ishqori qo'shilsa, bifenol A asosidagi epoksid smola qatlamlarida qip-qizil rang paydo bo'ladi.

Sellyuloza hosilalarini topish uchun namuna atsetonda eritiladi yoki suspenziyasi hosil qilinadi. 2-3 tomchi aralashmaga konsentrlangan sulfat kislotadan qatlam hosil bo'lguncha qo'shilsa, qatlam chegarasida qizil yoki qizil-qo'ng'ir rang paydo bo'ladi. Agar selluloza nitrati bo'lsa, yashil halqa kuzatiladi. Lignin va barcha saxaridlar xalaqit beradi. Sellyuloza atsetatini farqlash uchun namuna piroliz qilinadi. Bunda selluloza atsetatidan sirka, selluloza butiratidan moy kislota ajraladi.

8.6. Polimerlar gruppalarining sistematik analizi

Polimerlarning sistematik analizi ularni 7 gruppaga (suvda eriydigan; galogenli; azotli; fenollardan olingan; murakkab efir gruppali; oddiy efir gruppali; uglevodorodlardan tashkil topgan) bo'lib tekshirishga asoslangan. Bunda oldin polimerlarning qaysi gruppaga mansubligi topiladi. So'ngra element va funksional analiz usullari yordamida tekshirilib, ular identifikatsiya qilinadi.

Quyida misol tariqasida galogenli va azotli polimerlarning sistematik analizi ko'rib chiqiladi.

Galogenli polimerlarni tekshirish polimerni atsetonda eritishdan boshlanadi. Perxlorvinil atsetonda eriydi, xlorkauchuk, vinilxlorid va vinilidenxloridlarning sopolimeri. ko'p xlorli polietilen, polivinilxlorid singari polimerlar atsetonda erimaydi. So'ngra polimerning zichligi aniqlanadi. Agar polimerning zichligi $\rho \geq 1,4$ g/ml bo'lsa, polimer xlorkauchuk yoki vinilxlorid va vinilidenxloridlarning sopolimeri bo'lishi mumkin. Xlorkauchuk benzol va uglerod (IV) xloridda eriydi, vinilxlorid va vinilidenxloridlarning sopolimeri esa erimaydi. Ko'p xlorli polietilen va polivinilxloridlarning zichligi $\rho \leq 1,4$ g/ml. Ko'p xlorli polietilen xloroform va uglerod (IV) xloridda eriydi, polivinilxlorid esa erimaydi.

Azotli polimerni tekshirishda, avvalo, polimer bilan difenilamin reaksiyasi qilib ko'riladi. Buning uchun 0,1 g difenilaminning 30 ml suvdagi suspenziyasi hosil qilinadi va unga ehtiyotlik bilan konsentrlangan sulfat kislotadan taxminan 100 ml qo'shiladi. 1 tomchi yangi tayyorlangan reagent tomchi plastinkasida tekshiriladigan modda bilan aralashtiriladi. To'q ko'k rang paydo bo'lsa, bu polimer selluloza nitratidir. Reaksiya salbiy natija bersa, formaldegid reaksiyasi amalga oshiriladi. Buning uchun polimerga 2 ml sulfat kislota va xromotrop kislota kristallaridan bir nechtasini aralashtirib, 60-70 °C haroratda 10 daqiqa chamasi qizdiriladi. To'q binafsha rangning paydo bo'lishi formaldegid borligini ko'rsatadi. Bunda selluloza nitrat, polivinilatsetat, polivinilbutiral, selluloza atsetat singari polimerlar qizil rang beradi. Agar formaldegid reaksiyasi ijobiy bo'lsa, 95 ml etilenglikol va 10 g kaliy gidroksid aralashmasi bilan polimer qizdiriladi. Qizdirish natijasida ammiak ajralsa, polimer mochevinoformaldegid smolasi bo'lib chiqadi. Bunda melaminoformaldegid smolasidan ammiak ajralmaydi. Buni tasdiqlash uchun natriy tiosulfat bilan reaksiya qilib ko'riladi. Reaksiyani amalga oshirish uchun polimerga 1 tomchi konsentrlangan xlorid kislota tomizib, moy hammomida 190-200 °Cda qizdiriladi. Kongo qizili indikator ko'k rangga kirmaguncha qizdirishni davom ettiriladi. Sovitilgan eritmaga natriy tiosulfatning bir necha kristallaridan qo'shiladi va eritma bir uchi kongo qizili shimdirilgan ho'l qog'oz bilan berkitilgan shisha nayda 3 % li vodorod peroksid eritmasi bilan 160 °C gacha qizdiriladi. Kongo qizili indikatorining ko'karishi melamin borligini ko'rsatadi. Agar formaldegid reaksiyasi salbiy bo'lsa, polimer natriy karbonat bilan ishlanadi. Buning uchun probirkaga tekshiriladigan polimer va natriy karbonat solinib, aralashma suyuqlanguncha qizdiriladi. Agar bunda ammiak hidi sezilsa, polimer poliamidlarga oid bo'ladi. O'tkir hid sezilsa, polimer poliuretan bo'lib chiqadi. Poliakrilonitril shirin ta'mli hid chiqaradi, uning bug'lari ishqoriy muhitli bo'ladi.

IX BOB

9. MIQDORIY ANALIZ

Miqdoriy analiz modda tarkibidagi ayrim element, atomlar gruppasi: ionlar, funksional gruppalar va hokazolarning miqdorlarini aniqlashga mo'ljallangan analiz usulidir. Miqdoriy analiz ham sifat analiz singari kimyoviy, fizikaviy, fizik-kimyoviy va biologik analiz usullari yordamida moddalarni o'rganadi. Darslikning mazkur kitobida miqdoriy analizning kimyoviy usullari ko'rib chiqiladi. Kimyoviy usullar gravimetrik, titrimetrik va volyumometrik usullarga bo'linadi. Quyida gravimetrik va titrimetrik usullar bo'yicha bajariladigan ishlar ko'rib chiqiladi. Gazlarning turli yutuvchi moddalarda yutilishi natijasidagi hajm o'zgarishlarini tekshirishga asoslangan volyumometrik usullar maxsus kursda o'rganiladi.

9.1. Gravimetriya

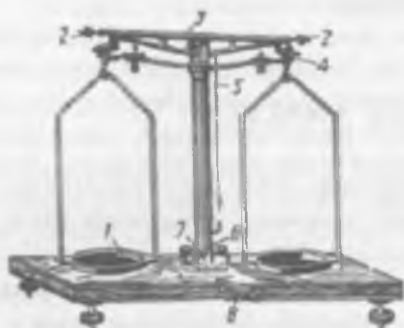
Gravimetrik analiz tekshiriladigan va hosil bo'ladigan moddalarning massalarini aniq o'lchashga asoslangan. Gravimetriya cho'ktirish, haydash va ajratish usullariga bo'linadi.

9.2. Analitik kimyoda tarozilar

Analitik kimyoda o'lchash analitik signalni olishning keng tarqalgan usulidir. Massasi noma'lum bo'lgan har qanday modda oldin texnik tarozida (9.1-rasm) 0,01 g aniqlikda, keyin analitik tarozida 0,0001 g aniqlikda o'lchanadi.

Hozirgi vaqtda analitik kimyoda kam miqdordagi moddalar bilan ishlanadi. Shuning uchun ham analitik tarozilar massasi 100-200 g gacha bo'lgan moddalarni tortishga mo'ljallangan. Analitik tarozilar ikki yoki bir pallali bo'ladi (9.2- va 9.3-rasmlar).

Ikki pallali tarozilarning eng muhim qismi bo'lgan shayin agat yoki yaxshilab toblangan po'latdan yasalgan o'tkir qirrali uchta



9.1-rasm. Kimyoviy texnik tarozi:

1-palla; 2-nol nuqtasini rostlash yuklari (porsangi); 3-shayin; 4-halqalar; 5-shoqul; 6-strelka; 7-shkala; 8-arretir dastasi

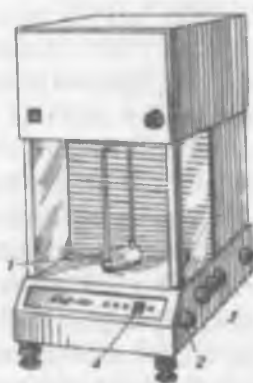
prizmalı bo'lib, ulardan biri shayinning o'rta qismida qirrası tarozi yelkasiga yo'nalgan tarzda joylashtirilgan bo'ladi. U tarozining tayanch nuqtasi bo'lib xizmat qiladi. Qolgan ikkita prizma shayinning shu nuqtasidan teng masofada qirralari (o'rta prizma qirrası bilan bir tekislikda parallel) bilan yuqoriga qaragan holda joylashtirilgan bo'ladi. Ularga pallalarni osishga mo'ljallangan halqachalar o'rnatiladi. Tarozining yelkasi va halqachalarning tayanch chiziqlari qancha yaxshi silliqlangan va prizmalarning qirralari qancha o'tkir bo'lsa, tarozi shuncha sezgir bo'ladi. Shayinning o'rtasiga maxsus strelka o'rnatilgan bo'lib, u darajalangan shkala bo'ylab harakatlanadi.

Tarozi ishlatilganda prizmalarning qirralari va tayanch yuzalar asta-sekin siyqalanib, tarozining tortish aniqligi kamaya boradi. Buning oldini olish uchun tarozi ishlamay turganda prizmalar tayanch nuqtalardan *arretir* moslamasi (tirgak) yordamida ajratib qo'yiladi. Tirgak yordamida tarozi shayinini ko'tarib qo'yish tarozini «*arretirlash*» deyiladi. Tarozi ishga tushirganda uning arretir diski sekin buralishi kerak. Tortiladigan modda tarozi pallasiga qo'yilishidan va olinishidan oldin tarozi albatta arretirlangan bo'lishi kerak. Analitik tarozilar oynali quti ichiga joylashtirilgan bo'ladi. Oynali quti tarozini chang, xonada ishlovchilarning harakati tufayli yuzaga keladigan havoning harakati, tarozida ishlovchining nafas olishi va chiqarishi kabi ta'sirlardan saqlaydi.

Tarozi binoning tebranishlardan eng ozod bo'lgan joyiga o'rnatilgan stol ustida joylashtiriladi. Tarozining yelkasi qat'iy vertikal holatda bo'lishi kerak. Tarozi bunday joylashtirish uchun uning orqa tomoniga o'rnatilgan ipga osilgan uchli yukdan foydalaniladi. Zamonaviy tarozilarda yukli ip o'rnida vaterpas



9.2-rasm. Ikki pallali VLR-200
rusumli analitik tarozi:
1-pallalar; 2-arretir; 3-milligramm
massali toshchalarni o'rnatish
dastalari; 4-o'lchash natijasini yozib
olish ekrani



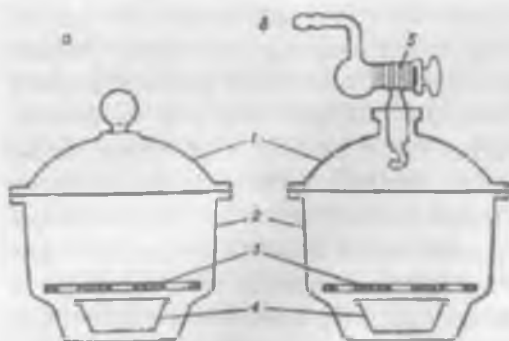
9.3-rasm. Bir pallali ikki prizmalı
VLDP-100 rusumli analitik tarozi:
1-palla; 2-nolni o'rnatish dastasi;
3- milligramm massali toshchalarni
o'rnatish dastasi; 4-o'lchash
natijasini yozib olish ekrani

(adilak, shayton) bo'lib, vaterpasdagi suyuqlik ustidagi havo uning o'rtasiga tarozining oyoqlaridagi vintlarni burash orqali keltiriladi. Shunda tarozining yelkasi vertikal (yuzasi - gorizontaal) bo'ladi. Taroziining pallalarini oksidlanishdan himoyalash uchun nikellaydilar, ayrim tarozilarning pallalari oltin yoki boshqa zanglamaydigan metallning yupqa qatlami bilan qoplanadi.

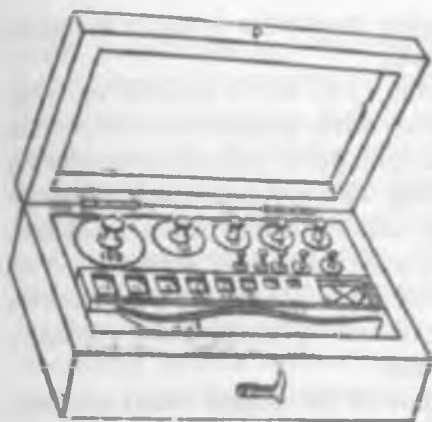
Modda quruq yoki ho'l holda tortilishi mumkin. Gravimetrik analizda aniq natijalar olish uchun modda quritilgan shaklda tortiladi. Taroziining pallasiga tortiladigan moddani bevosita qo'yish yaramaydi. Modda biror idishda tortiladi. Moddalarni tortish uchun byuks, soat oynasi, tigel, stakancha, probirka singari idishlar ishlatiladi. Tortiladigan modda nam tortar (gigroskopik) bo'lsa, uni qopqoqli byukslar yordamida tortish maqsadga muvofiqdir. Modda tortiladigan idish tortishdan avval astoydil tozalab yuviladi va *doimiy massagacha* quritiladi. Yaxshilab quritilgan idish yoki moddaning massasi takroriy quritishdan keyin amalda o'zgarmasa, uning massasi *doimiy* hisoblanadi. Analitik kimyo laboratoriyasida moddalarni qog'oz ustida tortish mumkin emas. Qog'oz gigroskopik bo'lganligi uchun u havo namini tortadi. Bundan tashqari, tortilgan moddani qog'ozdan to'liq ajratib olishning imkoniyati yo'q. Gravimetrik analizdagi tortishlarning ko'p qismi moddani quritish va

kuydirish bilan bog'liq. Issiq buyum tarozi pallasiga qo'yilsa, uning massasi haqiqiy qiymatidan farq qiladi. Issiqlik tarozi shayinini uzaytiradi, issiq oqim esa pastdan yuqoriga tomon harakatlanadi. Issiq oqimning pastdan yuqoriga tomon harakati natijasida tarozi pallas ham ko'tarilishi mumkin. Tortish aniqligining yetarli talab darajasida bo'lishi uchun quritish yoki kuydirish pechidan olingan tekshiriladigan modda bo'lgan idish sovitiladi. Sovuq buyumlar tortilganda buning teskarisi bo'ladi. Shuning uchun ham tortilishi talab etilgan issiq yoki sovuq buyumning harorati tarozixona haroratigacha keltirilgan bo'lishi kerak. Issiq buyumni sovitish davomida uning sirtida havo tarkibida doimo bo'ladigan namlik kondensatlanadi. Buning oldini olish uchun buyum *eksikatorga* joylanadi.

Eksikator pastki qismiga namlikni yutuvchi quritadigan moddalar (kuydirilgan kalsiy xlorid, kalsiy oksid, konsentrlangan sulfat kislota va boshqa) solingan idish bo'lib (9.4-rasm), tortiladigan buyum uning chinni tagligi ustiga joylangandan so'ng tarozixonaga olib boriladi va soviguncha kutib turiladi. 110-150 °C haroratda quritilgan idish taxminan 30-40 daqiqa ichida xona haroratigacha soviydi. Eksikatorning qopqog'ini ochish uchun qopqog' o'ng qo'l bilan ushlanadi. Chap qo'l bilan eksikatorning o'zimizga qaragan tomonidan ushlagan holda, qopqoqni ko'tarmasdan gorizontal yo'nalishda sekin tortish kerak. Qopqoqni yopish uchun buning teskarisi qilinadi. Eksikatorni bir joydan boshqa joyga ko'chirish uchun ikkala qo'limizning bosh barmoqlari bilan uning qopqog'i ushlanadi va pastidan ikki qo'llab ushlab ko'tariladi. Eksikatorning qopqog'i havo namligini o'tkazmasligi va tushib ketmasligi uchun uning silliqlangan qismiga mum yoki parafin aralashtirilgan texnik vazelin surtiladi.



9.4-rasm. Eksikatorlar:
A-jo'mraksiz; B-jo'mrakli;
1-qopqog'; 2-tana;
3-modda qg'yish to'ri;
4-kosacha; 5-vakuum
jo'mrak



9.5-rasm. Analitik tarozi toshlari

Tarozi toshlari maxsus qutichalarga muayyan tartib bilan joylangan (9.5-rasm) bo'ladi. Tarozi toshlarini tarozi pallasiga qo'yish, undan olib qutichaga joylash uchun uchlariga muguz yopishtirilgan qisqich ishlatiladi. Toshlarni qisqich bilan ushlaganda qattiq qismaslik kerak. Qutidagi toshlar ko'pincha 0,01-100 g massali bo'ladi. Milligramm massali toshlar yelkasiga joylashtirilgan tarozilarning

toshlari qutisida 1-100 g massali toshlar bo'ladi. Toshlar zanglamasligi, ustiga chang va namlik o'tirmasligi kerak. Toshlarga tasodifan reaktiv, suv yoki boshqa biror modda tegsa, darhol ulardan tozalanishi, artilishi, zarur hollarda, yuvilishi kerak. Toshlar zanglamasligi uchun ularning sirti zanglamas qatlam bilan qoplanadi. Toshlarning qutidagi o'rnlari qat'iy bir xil bo'lganligi uchun modda massasini toshlarning qutidagi bo'sh o'rnlarga qarab ham yozish mumkin. Toshlarni qutichaga joylayotganda yozuvning to'g'riligi tekshiriladi.

Analitik tarozilarda tortish qoidalar. Analitik tarozi aniq fizik asbob bo'lib, unda tortganda juda ehtiyot bo'lish talab etiladi. Tarozining ishdan chiqmasligi va aniq tortish natijasini olish uchun qator qoidalarga rioya qilishga to'g'ri keladi:

1. Tortishga kirishishdan oldin tarozi pallalaridagi changni yumshoq mato yoki cho'tka yordamida ehtiyotlik bilan tozalang va tarozining nolinchi nuqtasini toping. Agar tarozini tekshirayotganda biror noaniqlikni kuzatsangiz, darhol mas'ul laborantga bu haqda ma'lum qiling.

2. Tarozining pallasiga tortiladigan buyum va toshlarni qo'yishdan avval uning arretirlanganligiga ishonch hosil qiling. Agar tarozi reyterli bo'lsa, reyterni o'rnatayotganda yoki siljitayotganda ham tarozi arretirlangan bo'lishi kerakligini unutmang. Arretir diskini sekin va ehtiyotlik bilan burang.

3. Taroziida belgilangan miqdor moddadan ortiqcha moddani tortmang, aks holda tarozi buziladi.

4. Biror idishdagi moddaning (yoki bo'sh idishni) og'irligi noma'lum bo'lsa, uni texnik tarozida tortib, uning taxminiy massasini aniqlang. So'ngra uni analitik tarozining chap pallasiga joylashtiring va tarozining derazachasini yoping. Taroziining pallasiga kimyoviy moddani bevosita yoki qog'ozga solib tortmang, balki soat oynasi, byuks, tigel, probirka va hokazolarga solib torting. Taroziining o'ng pallasiga toshchalar texnik tarozida o'lchangan massa analitik tarozining o'ng pallasiga qo'yib, tarozining derazachasini yoping va tarozini arretirdan sekin bo'shating.

5. Issiq yoki sovuq moddalarni tortishdan oldin ularning haroratini tarozi haroratiga keltiring. Buning uchun uni eksikatora tarozixonada kamida 20-25 daqiqa saqlang.

6. Taroziining pallasiga nam, iflos va ho'l moddalarni qo'ymang. Tarozi joylashtirilgan qutiga reaktiv, suyuq modda to'kmang.

7. Namni yutadigan moddalar, suyuqliklar, uchuvchan va o'yuvchi moddalarni faqat yopiq idishlarda (byuks) torting.

8. Taroziining o'lchash bilan bog'liq joylari (pallasi, shayini, strelkasi va boshqa), toshlar va reyterga qo'l tegizmang. Qo'lingizdagi namlik, yog' va boshqalar ularda qoladi. Toshnlarni faqat qisqich bilan ushlang. Agar reyter tasodifan tushib qolsa, uni qisqich yordamida o'z o'rniga joylashtiring.

9. Tortish vaqtida tarozining derazachalari yopiq bo'lishi kerakligini unutmang.

10. Bir ishini bajarish davomida faqat bitta tarozi va toshlar majmuasidan foydalaning.

11. Tarozi o'rnatilgan stolga suyanmang. Taroziini joyidan aslo qo'zg'atmang.

12. Taroziixonaga behuda kirmang, ishlayotganlarga xalaqit bermang, ular fikrini chalg'itmang, tarozixonada qattiq ovoz bilan so'zlashmang, chopib yurmang.

Taroziining nolinishi nuqtasini topish va tortish. Analitik tarozilarning ayrimlarida tarozi strelkasi shkala bo'ylab, ayrimlarida esa shkala qo'zg'almas chiziq bo'ylab o'ngga va chapga tebranadi. Strelkaning shkala yoki shkalaning chiziq bo'ylab tebranishi to'xtagandan keyingi turish nuqtasiga *taroziining nolinishi nuqtasi* deyiladi. Har xil tasodiflar tufayli tarozining nolinishi nuqtasi o'zgarib turganligi uchun tortishdan avval nolinishi nuqta topiladi. Amalda

strelka yoki shkalaning tebranishdan to'xtashini kutib turishga hojat yo'q (dempferli tarozilarda u tezda to'xtaydi). Tarozi strelka yoki shkalasining o'ngga va chapga og'ishlari (odatda, uchinchi boshlab) asosida tarozining nolinski nuqtasi quyidagicha topiladi. Buning uchun chapga va o'ngga siljigandagi qiymatlar hisobga olinadi. Har ikkala tomonga bo'lgan og'ishlar qo'shib, ikkiga bo'linganda hosil bo'lgan qiymat tarozining nolinski nuqtasini ko'rsatadi. Ikki-uch og'ishlar hisobga olinsa, nolinski nuqta yanada aniqroq topiladi. Topilgan nolinski nuqta tortish natijasini yozib olishda hisobga olinadi. Tarozi nolinski nuqtasi topilgach, tortishga kirishiladi. Tortish vaqtida yuqoridagi qoidalarga rioya qilgan holda chap pallaga tortiladigan buyum, o'ng pallaga toshlar qo'yiladi. So'ngra tarozi sekin arretirdan bo'shatiladi. Ikki pallali tarozidan foydalanilayotgan bo'lsa, birinchi va ikkinchi raqamlar disk dastasidagi yelkaga qo'yilgan yukchalar massasini ko'rsatuvchi raqamlar yoki pallaga qo'yilgan toshchalar (500, 200, 100, 50, 20, 10 mg) bo'yicha yozib olinadi. Agar reyterli tarozi ishlatilayotgan bo'lsa, reyterning turgan joyiga qarab uchinchi va to'rtinchi raqamlar yozib olinadi. Reytersiz tarozilarda bu raqamlar ekrandagi shkaladan yozib olinadi. Bir pallali tarozilarda moddaning massasi ekrandagi raqamlar asosida yozib olinadi.

Analitik tarozilarning sezgirligi va aniqligi. Pallalariga yuk qo'yilmagan tarozi strelkasining to'xtash joyi *nolinski nuqta*, pallalarida yuk bo'lgan tarozi strelkasining to'xtash joyi *muvozanat nuqtasi* deyiladi. Tortish vaqtida bu nuqtalar o'zaro mos kelishi kerak. Muvozanatdagi tarozining pallalaridan biriga 1 mg yuk qo'yilgan, tarozi strelkasi muvozanat nuqtasidan siljiydi. Siljish qancha katta bo'lsa, tarozi shuncha sezgir hisoblanadi. Tarozi sezgirligi

$$\frac{tg\alpha}{p} = \frac{l}{gL}$$

formula yordamida baholanishi mumkin. Bu yerda α — tarozi pallasiga yuk qo'yilganda strelkaning surilish burchagi; p — tarozi pallasiga qo'yilgan yukning massasi, mg; l — shayin yelkasining uzunligi; g — shayinning massasi, g; L — tarozining tayanch nuqtasi bilan og'irlik markazi orasidagi masofa.

Mazkur formulaga muvofiq tarozi shayinining uzunligi qancha katta, uning massasi va tarozi tayanch nuqtasi bilan og'irlik markazi orasidagi masofa qancha kichik bo'lsa, tarozi shuncha sezgir bo'ladi.

Shuni unutmaslik kerakki, tarozining uchala prizmalari qirralari bir tekislikda yotgandagina tarozining sezgirligi ushbu formula yordamida baholanishi mumkin. Amalda bu shartning bajarilishi juda qiyin bo'lib, tortish davomida tarozi shayini ma'lum darajada egiladi. Shayin egilganda tarozining sezgirligi boshqa qiymatlarga ham bog'liq bo'ladi. Bu bog'liqlikni quyidagi tenglama bilan izohlash mumkin:

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{l \cos \beta}{gL + (2P - p)l \sin \beta}$$

bu yerda, P – tarozi pallasidagi yukning massasi; b – shayinning egilish burchagi.

Oxirgi formuladan ko'rinishicha, palladagi yukning massasi P va egilish burchagi b qancha katta bo'lsa, tarozining sezgirligi shuncha kichik bo'ladi. Har qanday analitik tarozi ma'lum massagacha tortishga mo'ljallangan bo'lib, unda shuncha yukdan ortiq tortish qat'iyman qilinadi.

Tarozi shayini yelkalarining uzunliklari, o'ng va chap yelkalar (pallalar bilan birgalikda) massalari o'zaro teng, prizmalar qirralari esa parallel bo'lsa, tarozi to'g'ri tortadi. Tarozining to'g'riligini jismning haqiqiy va tortilgandagi massalari orasidagi farq belgilaydi. Muayyan jismni qayta tortganda tortish natijalari orasidagi farq tarozining aniqligini ifodalaydi. Odatda, qayta tortishlar natijalari tarozining aniqligidan oshmasligi kerak. Masalan, aniqligi 0,0002 g bo'lgan tarozida tortganda bu farq 0,0002 g dan oshmasligi kerak. Aniqligi 0,0001 g bo'lgan tarozilarda tortganda tortishlar orasidagi farq 0,0001 g bo'lishi kerak. Buning uchun tarozi yelkalari o'zaro teng bo'lishi kerak. Tarozi prizmalari qirralarining o'tkirligi tarozining sezgirliginigina emas, balki uning aniqligini ham belgilaydi.

Moddani tarozida bevosita tortib, uning haqiqiy massasini aniqlab bo'lmaydi. Buning sababi shundan iboratki, tarozi yelkalari har doim ham teng bo'lmaydi, modda havoda tortiladi, havoning massasi esa hisobga olinmaydi. Ko'pchilik analitik ishlar uchun bularning kiritadigan xatolari tortiladigan va aniqlanadigan tarkibiy qismlar uchun uncha katta bo'lmaydi, binobarin, bunday xatolar e'tiborga ham olinmaydi. Ba'zi hollarda jismning haqiqiy massasini bilish ham talab etiladi. Tarozi yelkalarining o'zaro teng emasligi

natijasida yo'l qo'yiladigan xatolarning ta'sirini yo'qotish uchun ikki marta tortish, o'rin almashtirib tortish va tarozining maksimal tortishga mo'ljallangan massali buyumni tortish (Mendeleev usuli) usullaridan foydalaniladi.

Jismning haqiqiy massasini topish uchun

$$P_o = P + \rho_h \left(\frac{P}{\rho_j} - \frac{P}{\rho_t} \right)$$

formuladan foydalaniladi. Bu yerda, P_o – jismning bo'shliqdagi haqiqiy massasi; ρ_h – havoning zichligi; ρ_j – jismning zichligi; ρ_t – toshlarning zichligi. Havoning zichligi bosim, namlik va haroratga bog'liq. Ko'pchilik hollarda uni 0,0012 deb olish mumkin. Toshlarining zichligi ular yasalgan metallga bog'liq bo'lib, jezdan yasalgan toshlarning zichligi 8,4, alyuminiydan yasalganiniki 2,6 ga teng.

Tortishning to'g'riligi tarozi toshlari massasining nominalga mosligiga bog'liq. Tarozi toshlari aniq massali qilib yasalsa-da, ulardan foydalanish jarayonida massalari biroz kamayishi mumkin. Shuning uchun toshlarning massalari vaqti-vaqti bilan tekshirib turiladi (odatda bu ish davlat etalon korxonalari xodimlari tomonidan amalga oshiriladi). 2 g massali toshning massasi ikkita 1 g massali toshlar massalariga teng bo'lishi kerak. Toshlarining massalarini tekshirish uchun ikki marta tortish usulidan foydalaniladi.

9.3. Miqdoriy analiz laboratoriyasida ishlash qoidalari

Miqdoriy analiz laboratoriyasida qilinadigan har qanday amal aniq natijalar olishga qaratilganligini, buning uchun esa ko'p vaqt va mehnat sarflanishini unutmang. Ish joyingizni hamma vaqt toza va saranjom tuting. Ishni bajarish uchun zarur bo'lgan idishlar, reaktivlar va boshqa jihozlar oldindan astoydil tayyorlab qo'yilgan bo'lishiga e'tibor bering. Ish stolingizda turgan idish, reaktiv va boshqalarni shunday joylashtiringki, ulardan foydalanish qulay bo'lsin, ular hech kimga xalaqit bermasin.

Laboratoriyada ishlaganda hech qachon keskin harakat qilmang. Moddani cho'ktirish, filtrlash, quritish, kuydirish,

tortish, titrlash va boshqa amallarni bajarganda ishni astoydil hovliqmay, moddalarni ortiqcha qo'shmay yoki to'kib yubormay bajaring. Aks holda og'ir mehnat evaziga qilingan ish behuda bo'lib qolishi mumkin. Ishni bajarish uchun taqdim etilgan qo'llanmadagi har bir ko'rsatmaga qat'iy rioya qiling. Ishni doimo bekamu ko'st bajarishga o'zingizni o'rgating. Bajargan har qanday ishingizni maxsus laboratoriya jurnaliga erinmay yozib boring. Miqdoriy analizda olinadigan asosiy analitik signal raqamlar bilan ifodalanganligi uchun barcha raqamlarni aniq yozib boring. Hech qanday raqam yozilmasdan qolmasin. Siz olishingiz talab etilgan natijalar ana shu raqamlar yordamida olinishini hech vaqt unutmang. Laboratoriya jurnali qancha osoyishta va tushunarli yuritilsa, siz oladigan natijalar ham shuncha to'g'ri va aniq bo'ladi. Laboratoriya jurnali Sizning madaniyatingizni ham ko'rsatishini unutmang. Har bir laboratoriya ishi jurnalda aniq rasmiylashtirilishi kerak. Buning uchun unga ishning nomi, qisqacha mazmuni, o'lchovlar, kuzatishlar va hisoblashlar natijalari kiritilishi kerak. Miqdoriy analizda olinadigan natijalar statistik ishlangan bo'lishi kerak (5-bo'lim). Statistik ishlangan natijalar quyidagi shaklda (9.1-jadval) taqdim etilishi tavsiya qilinadi:

9.1-jadval

Ba²⁺ ni aniqlash natijalari (namuna)

Olingan natijalar, x , g (mg)	O'rtacha qiymat, $\bar{x}$, g (mg)	Standart chetlashish, s , g (mg)	Ishonchlilik ehtimoli, P	Ishonchlilik chegarasi $\bar{x} \pm ts$, g (mg)	Xato, %

Agar olingan natijalarning har biri birinchi ustunda keltirilmasa, o'tkazilgan tajribalar soni n ham jadvalga kiritiladi. Ishonchlilik chegarasini hisoblash uchun t -taqsimlanishning turli ishonchlilik ehtimoliga mos keladigan qiymatlaridan foydalaniladi (9.2-jadval).

**Muqarrarlik mezonini aniqlash uchun t taqsimlanish
qiymatlari jadvali**

$f-n-1$	$R=0,95$	$R=0,98$	$R=0,99$	$R=0,999$
1	12,71	31,821	63,630	636,20
2	4,30	6,965	9,925	31,60
3	3,18	4,541	5,484	12,94
4	2,78	3,747	4,604	8,61
5	2,57	3,365	4,032	6,86
6	2,45	3,143	3,707	5,96
7	2,36	2,998	3,499	5,40
8	2,31	2,896	3,335	5,04
9	2,26	2,821	3,256	4,78
10	2,23	2,764	3,169	4,59
20	2,09	2,528	2,845	3,85
30	2,04	2,457	2,750	3,64

Analitik hisoblashlar uchun ishonchlilik ehtimolini $P=0,95$ deb olish mumkin.

9.4. Bariy xlorid tarkibidagi kristallizatsiya suvining massa ulushini aniqlash

Ayrim moddalar cho'kkanda o'zi bilan ma'lum miqdor suvni birga cho'ktiradi. Modda tarkibidagi bunday suvga *kristallizatsion suv* deyiladi. Tarkibida kristallizatsiya suvi bo'lgan moddalar muayyan formulaga javob berishi kerak. Shu bois modda tarkibidagi bunday suv, ayrim hollarda, *stexiometrik suv* ham deb ataladi. Ko'pchilik jismlar va moddalar namlikni yutadi. Moddalar tomonidan yutilgan bunday namlik *gigroskopik namlik* deyiladi. Kristallizatsion va gigroskopik namlikni gravimetrik haydash usuli yordamida aniqlashda tekshiriladigan modda qizdiriladi. Aniqlashni bajarishda tekshiriladigan moddaning ma'lum tortimi o'lchab olinadi va u 105-225 °C haroratda qizdiriladi. Qizdirish natijasida modda tarkibidagi kristallizatsion suv yoki gigroskopik namlik haydaladi. Dastlabki tortim va quritilgan qoldiq massalari farqi kristallizatsion suv yoki gigroskopik namlikning massasiga to'g'ri keladi.

Kristallgidratlar saqlanganda qisman parchalanadi. Shuning uchun ham bunday moddalardan foydalanishdan oldin ularning tarkibidagi kristallizatsion suvning miqdori aniqlanishi yoki modda qayta kristallanishi kerak.

Bariy xlorid tarkibidagi kristallizatsion suvni aniqlash bariy xlorid kristallgidratining tortimini quritishga asoslangan. Bariy xlorid kristallgidrati 105-125 °C haroratda to'liq parchalanadi va quriydi.

Analizni bajarish tartibi. Tozalab yuvilgan byuks qopqog'i ochiq holda quritish shkafida 30-35 daqiqa davomida doimiy massagacha quritiladi (byuksning yon tomonidagi xira doirasiga grafit qalam bilan belgi-raqam qo'yilgan bo'lgani ma'qul). Quritilgan byuksning qopqog'i yopilib, qisqich yordamida eksikatorga solinadi, so'ngra byuksning qopqog'i ochiladi va eksikator berkitilib, tarozi yonida 20-25 daqiqa saqlangan holda sovitiladi. Sovigan byuksning qopqog'i yopilgandan so'ng tortish qoidalariga rioya qilib, analitik tarozida tortiladi. Doimiy massagacha (ikki tortish orasidagi farq 0,0001 g bo'lguncha) quritilgan byuksga 1,25-1,50 g massali modda solinib, analitik tarozida aniq tortiladi. Ichiga bariy xlorid kristallgidrati solingan byuks quritish shkafining o'rta tokchalaridan biriga qopqog'i ustiga yonboshlatib qo'yilgan holda joylashtiriladi. Maksimal harorati 125 °C bo'lgan sharoitda modda 2 soat chamasi quritish shkafida quritiladi. Shundan so'ng qisqich yordamida byuks qopqog'i bilan oldindan tayyorlab qo'yilgan eksikatorga solinadi va tarozixonona haroratigacha sovitiladi. Tarozixonada taxminan 20-25 daqiqa sovitilgan quruq moddali byuks qopqog'i yopilgan holda analitik tarozida tortiladi. Moddaning kristallizatsiya suvini to'liq yo'qotganiga ishonch hosil qilish uchun byuksning qopqog'ini oldingiday ustiga qo'yib, yana 1 soat quritish kerak bo'ladi. Ikkinchi bor quritgandan keyin byuks yana qopqog'i bilan eksikatora tarozi yonida sovitiladi. Sovigan moddali byuksning qopqog'ini yopib yana tortganda tortish orasidagi massalar farqi 0,0002-0,0001 g bo'lishi kerak. Shunda modda doimiy massagacha quritilgan hisoblanadi. Agar quritish doimiy massagacha bajarilgan bo'lmasa, byuks moddasi bilan yana quritiladi. Barcha tortishlar natijalari laboratoriya jurnaliga aniq qilib yozib boriladi (uning namunasi quyida keltiriladi).

Eslatma. Agar quritish tugamasdan oldin ishni to'xtatishga to'g'ri kelsa, byuksni eksikatorga joylab, uning qopqog'ini zich yopib, qoldirish kerak.

Analiz natijalarini hisoblash. Aniqlash natijasi laboratoriya jurnalidagi yozuvlar asosida quyidagicha bajariladi.

Laboratoriya jurnalidagi yozuvlar namunasi:

Doimiy massagacha quritilgan byuksning massasi, m_b ;

Byuksning modda bilan birgalikdagi massasi, m_m ;

Tekshirish uchun olingan modda massasi: $m = m_m - m_b$;

Byuksning modda bilan quritilgandan keyingi massalari:

Birinchi tortish - m_1 ;

Ikkinchi tortish - m_2 ;

Uchinchi tortish - m_3 .

Agar oxirgi natija oldingisidan 0,0002-0,0001 g farq qilsa, shu qiymat doimiy, deb olinadi va shu qiymat yordamida suvning miqdori aniqlanadi.

Kristallizatsiya suvining massasi: $m_{su} = m_m - m_3$.

Kristallizatsiya suvining moddadagi massa ulushi:

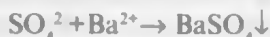
$$\omega = \frac{m}{m}$$

formula yordamida hisoblanadi.

Mazkur tartib bo'yicha gigroskopik namlikni ham aniqlash mumkin. Gigroskopik namligi aniqlanadigan modda tarkibida uchuvchan tarkibiy qismlar bo'lmasligi kerak.

9.5. Sulfat ioni miqdorini aniqlash

Usul sulfat ionining bariy ioni bilan kam eriydigan ($K_f = 1,1 \cdot 10^{-10}$) mayda kristall cho'kma hosil qilishiga asoslangan:



BaSO_4 cho'kmasi mayda kristall tuzilishli bo'lganligi uchun hosil bo'ladigan cho'kmaning mumkin qadar yirikroq bo'lishi uchun sharoit yaratishga e'tibor berish kerak. Hosil qilingan cho'kma dekantatsiya qilinib yuviladi, filtrlanadi. filtr ustida yana yuvib, adsorбилangan begona moddalar qoldiqlaridan tozalanadi. Filtr bilan cho'kma yuvilgandan so'ng quritiladi va kuydiriladi. Kuydirilgan qoldiq bo'yicha tekshiriladigan modda tarkibidagi sulfatning miqdori aniqlanadi.

Sulfatni aniqlashda cho'ktiriladigan va tortiladigan shakllar bir xil bo'lib, cho'kmani kuydirish vaqtida analizga qator xalaqit

beruvchi jarayonlar sodir bo'lishi mumkin. Bular qatoriga filtrni kuydirishda hosil bo'lgan ko'mirning cho'kmani qisman qaytarishi



natijada hosil bo'lgan sulfidning havo kislorodi ta'siridan oksidlanib, BaSO_4 hosil qilishi



qizdirish juda katta haroratda o'tkazilayotgan bo'lsa, BaSO_4 cho'kmasining parchalanishi



kiritilishi mumkin. Bunday jarayonlar analizga tegishli xato kiritadi. Ayrim hollarda xatoning oldini olish maqsadida mazkur reaksiyalar davomida hosil bo'lgan BaS va BaO moddalarini sulfatga aylantirish uchun qoldiq 2-3 tomchi konsentrlangan sulfat kislota eritmasi bilan ishlanadi:

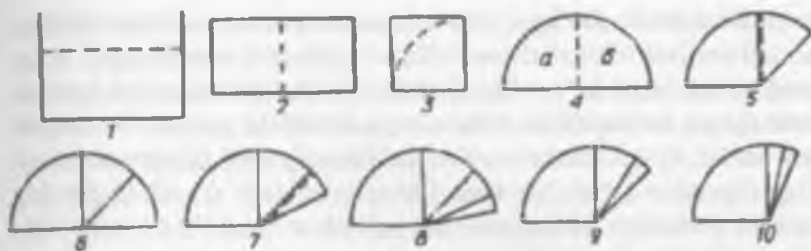


So'ngra asta-sekin mo'rili shkafda ortiqcha kislota parchalanib ketgunga qadar qizdiriladi



Shuni unutmaslik kerakki, bunday amal analizga xato kiritishi ham mumkin. Shu bois undan juda ehtiyotkorlik qilingan kam hollardagina foydalanish mumkin.

Analizni bajarish tartibi. Hosil bo'ladigan cho'kma mayda kristall tuzilishli bo'lganligi uchun tortiladigan shaklning massasi ~0,5 g bo'lishi kerak. Shundan kelib chiqib, tortimning massasi aniqlanadi. Aniqlangan va analitik tarozida massasi oldindan ma'lum bo'lgan soat oynasida aniq tortib olingan tekshiriladigan sulfat tortimi 200-250 ml sig'imli stakanga solinadi va hajmi ~100 ml bo'lgan suvda eritiladi. Hosil qilingan eritmaga $\text{pH} < 2$ bo'lishi uchun 2 ml 6 N xlorid kislota eritmasi qo'shilib, stakandagi aralashma qariyb qaynaguncha qizdiriladi. Cho'ktiruvchi sifatida, odatda, konsentratsiyasi 0,5-1 N bo'lgan $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ eritmasi ishlatiladi. Gravimetrik aniqlashlarda cho'ktiruvchining miqdori cho'ktiriladigan tarkibiy qism miqdoridan stexiometrik qiymatlarga ko'ra taxminan 1,5 marta ortiq olinadi. Shunga ko'ra hisoblab olingan cho'ktiruvchi eritmasining barchasi ~50 ml hajmgacha distillangan



9.6-rasm. Filtr qog'ozini buklash tartibi

suv bilan suyultiriladi. Bu eritma ham qariyb qaynaguncha qizdiriladi. Qariyb qaynoq eritmalar yordamida cho'ktirish bajariladi. Buning uchun tekshiriladigan sulfat eritmasini uchiga rezina kiydirilgan shisha tayoqcha yordamida to'xtovsiz aralashtirib turgan holda (tayoqcha stakandan chiqarilmasin) cho'ktiruvchi bariy xlorid eritmasi tomchilab qo'shilib, bariy sulfat cho'ktiriladi. Cho'ktiruvchi eritmasining 80-90% qo'shib bo'lingandan so'ng stakan qaynab turgan suv hammomiga joylashtiriladi. Hosil qilingan cho'kma stakan tubiga tushganda eritma tiniqlashadi. Cho'kma ustidagi eritma tiniqlashgandan so'ng to'la cho'ktirish tekshiriladi. Buning uchun tiniq eritmaga bariy xloridning issiq eritmasidan 23 tomchi ohista (shisha tayoqcha bo'ylab) tomiziladi. Agar tiniq eritma loyqalanmasa, to'la cho'kishga erishilgan bo'ladi. Tiniq eritma loyqalansa, cho'ktiruvchi eritmasidan yana ~1 ml yuqoridagi tartibda qo'shiladi. Cho'ktiruvchi eritmasidan to'la cho'kishga erishilgunga qadar qo'shiladi. To'la cho'kishga erishilgandan so'ng stakan qaynoq suv hammomida 2 soat davomida yetiltiriladi (yoki keyingi darsgacha yopiq holda shkafda qoldiriladi). Cho'kma yetilganidan so'ng eritma sovutiladi. Sovuq eritma dekantatsiyalanadi. Buning uchun oldindan tayyorlab qo'yilgan (9.6-rasm) va voronkaga o'rnatilgan «ko'k tasmali» kulsiz filtrning chetrog'iga cho'kma ustidagi eritma shisha tayoqcha orqali jildiratib quyiladi. Dekantatsiyalash davomida eritma ostidagi cho'kmani qo'zg'atib yubormaslikka harakat qilish kerak. Stakandagi eritma deyarli ajratib bo'lingandan so'ng cho'kmani yuvishga kirishiladi. Stakandagi cho'kmani yuvish uchun yuvadigan suyuqlik tanlanadi. Yuvadigan suyuqlik sifatida ozgina xlorid kislota qo'shilgan distillangan suvdan foydalaniladi. Stakanga 15-20 ml yuvadigan

suyuqlik solinib, cho'kma shisha tayoqcha yordamida loyqalatiladi, so'ngra eritma tindiriladi va cho'kma ustidagi eritma filtr qog'oziga yuqoridagi tartibda quyilib, filtrlanadi. Cho'kmani yuvish kamida uch marta takrorlanadi (cho'kmani stakanda yuvish filtr ustida yuvishdan ko'ra ancha oson). Cho'kmani yuvib dekantatsiyalash tugatilgandan keyin cho'kma filtr qog'oziga o'tkaziladi. Buning uchun stakanga yuvadigan suyuqlikdan yana 20-25 ml solib, chayqatiladi va ohista shisha tayoqcha orqali cho'kmali eritma filtrga o'tkaziladi. Stakanning tubi va devorlarida qolgan cho'kma zarralari shisha tayoqcha yordamida to'plab filtrga o'tkazilgandan so'ng shisha tayoqcha stakandan chiqarib olinadi va stakan ustiga ko'ndalang qilib qo'yiladi. Stakan jo'mragidan 3-5 sm bo'rtib turgan tayoqchani stakanga chap qo'lning ko'rsatkich barmog'i bilan qisib turgan holda stakan voronkaga engashtiriladi. Bunda eritma shisha tayoqcha orqali filtrga sachramasdan o'tishi kerak. Stakanni shu holatda ushlab turib, o'ng qo'lga yuvgichni olib, undan distillangan suvni (yaxshisi yuvadigan suyuqlikni) stakanning tubi va ichki devorlari bo'ylab oqizish kerak. Bunda stakan tubi va devorlaridagi cho'kma zarralari filtrga o'tadi. Stakan devoriga yopishib qolgan cho'kma zarralari rezinali shisha tayoqchani rezinasi yordamida chiqarib olish tavsiya qilinadi. Shundan keyin stakan yorug'da yaxshilab qarab chiqiladi, agar unda cho'kma zarralari qolganligi aniqlansa, yuqoridagi amal takrorlanadi.

Stakandagi cho'kma to'liq filtrga o'tkazilgandan so'ng cho'kmani filtrda yuvishga kirishiladi. Filtrda cho'kmani yuvish uchun yuvgichdagi yuvadigan suyuqlik oqimi filtrning yuqori qismidan boshlab aylantirib oqiziladi. Voronkadagi suyuqlik filtrning taxminan yarmigacha to'ldirganda yuvadigan suyuqlikni oqizish to'xtatiladi va suyuqlikning filtrdan o'tib ketishi kutiladi. Bariy sulfatning eruvchanligi ancha yaxshi bo'lganligi uchun yuvishda ishlatilgan yuvadigan suyuqlikning jami hajmi 200 ml dan oshmasligiga e'tibor beriladi. Cho'kmani yuvish vaqtida uchuvchan bo'lmagan, cho'kmaga yutilib qolgan begona moddalar ajratiladi. Odatda yuvish filtratdan xlorig ionini topish mumkin bo'lmay qolgungacha davom ettiriladi.

Filtrlash tugatilgandan keyin filtr buklanadi va voronkasi bilan quritish uchun quritish shkafiga joylanadi. Quruq filtr cho'kmasi bilan voronkadan ohista olinib, oldindan doimiy massagacha quritib, tayyorlab qo'yilgan tigelga joylanadi. Filtrda cho'kma bo'lgan tigel

chinnili uchburchak yoki asbest to'r ustiga qo'yiladi va gorelkaning past alangasida filtrning yonib ketishi oldi olingan holda kulsizlantiriladi. Filtr to'liq kulsizlangandan so'ng tigeldagi cho'kma 600-800 °C haroratda 40-45 daqiqa kuydiriladi. Kuydirish tugagandan keyin cho'kmali tigel qisqich yordamida eksikatorga joylashtirilib, sovitiladi. Sovuq tigel cho'kmasi bilan analitik tarozida tortiladi. Cho'kmani kuydirish doimiy massaga yetguncha davom ettiriladi.

Hisoblash. Hisoblash uchun olingan qiymatlardan foydalaniladi.

Soat oynasining massasi: m_c .

Soat oynasining modda bilan birgalikdagi massasi: m_A .

Analiz uchun olingan moddaning massasi: m_A .

Tigelning massasi: m_t .

Tigelning bariy sulfat bilan massasi: m_{BaSO_4} .

Bariy sulfatning massasi: m_{BaSO_4} .

Sulfatning massasi:

$$m_{SO_4} = \frac{m_{BaSO_4} \cdot M_{SO_4}}{M_{BaSO_4}} = \frac{m_{BaSO_4} \cdot 96,062}{233,4} = 0,4116 \cdot m_{BaSO_4}$$

Sulfatning berilgan namunadagi massa ulushi:

$$\omega = \frac{m_{SO_4}}{m_A}$$

formula yordamida hisoblanadi. Agar analiz qilish uchun aniq modda olingan bo'lsa, analizning aniqligi baholanadi. Buning uchun sulfatning modda tarkibidagi massa ulushi bilan aniqlangan massa ulush qiymatlari solishtiriladi.

Mazkur tartibda sulfatlar tarkibidagi oltingugurt, oltingugurtning boshqa shakllari (sulfatga aylantirilgandan so'ng) va bariy miqdorlari aniqlanishi mumkin.

Eslatma. SiO_4^{2-} , SnO_4^{2-} , WO_4^{2-} va boshqa ayrim ionlar cho'kmalar (H_2SiO_4 , H_2SnO_4 , H_2WO_4 singari) hosil qilgani uchun analizga xalaqit beradi. Shuning uchun ular analizni boshlashdan oldin ajratilishi kerak. Tekshiriladigan namuna tarkibida ko'p miqdor bariy ta'siridan cho'kmaydigan temir (III), alyuminiy, permanganat, florid kabi ionlarning bo'lishi ham xatoga olib kelganligi uchun ular ajratilishi kerak.

9.6. Temir (III) miqdorini aniqlash

Temir (III) ionini aniqlash ammiak eritmasi yordamida temirni $\text{Fe}(\text{OH})_3$ shaklida cho'ktirib



cho'ktiriladigan shakldan Fe_2O_3 - tortiladigan shaklni



olishga asoslangan. Temir (III) gidroksidni uzoq vaqt kuydirish uning qisman parchalanishiga olib keladi:



Parchalanish natijasida hosil bo'lgan oksidga bir tomchi konsentrlangan nitrat kislota tomizib, aralashma qizdirilsa, qaytarilgan temir yana oldingi holiga keladi:

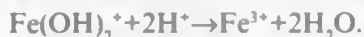


biroq yaxshisi temirni qaytarilishgacha olib kelmaslik kerak.

Cho'ktirish issiq eritmalaridan o'tkazilganligi uchun temir tuzlari gidrolizlanadi (q. darslik – 5.6-band):



Binobarin, gidrolizni bartaraf qilish maqsadida eritmaga kislota qo'shish kerak. Kislotali muhitda gidroliz reaksiyasi teskari tomonga siljiydi:



Agar shu maqsadda nitrat kislota ishlatilsa, u modda tarkibida bo'lishi mumkin bo'lgan temir (II) ionini oksidlash vazifasini ham bajaradi:



Analizni bajarish tartibi. Temir (III) gidroksid amorf tuzilishli cho'kma bo'lganligi uchun hosil qilinadigan gravimetrik shaklning massasi ~0,1 g bo'lishi kerak. Tekshiriladigan namuna tortimi shu asosda olinadi. Agar modda qattiq bo'lsa, u cho'ktirishni boshlashdan oldin eritiladi.

Hajmi 200-250 ml bo'lgan stakandagi tekshiriladigan eritmaga kislotali ($\text{pH}=2-3$) muhit hosil qilish uchun 2 N HNO_3 eritmasidan 3-5 ml qo'shib, gorelkaning past alangasida sekin 75-90 °C gacha qizdiriladi. Qaynoq eritmani to'xtovsiz aralashtirib turgan holda

undan ammiak hidi kelgunga qadar 10 % li NH_3 eritmasidan tomchilatib qo'shiladi. Bunda eritmadagi temir (III) ioni to'liq cho'kmaga o'tgan bo'ladi. Eritma tindirilgandan so'ng to'la cho'kish tekshirib ko'riladi. Buning uchun tiniq eritmaga ammiak tomchilatiladi. Ammiak tomchisi tushgan joy loyqalanmasa, to'la cho'kishga erishilgan bo'ladi. Aks holda ammiak qo'shish davom ettiriladi. Cho'ktirish tugatilgandan keyin cho'kmali eritmaga adsorbilanishini kamaytirish uchun 100 ml qaynoq distillangan suv qo'shiladi. So'ngra darhol cho'kmani filtrlashga kirishiladi. Cho'kmani filtrlash uchun «qizil tasmali» kulsiz filtrdan foydalaniladi. Filtrdagi cho'kma ammoniy nitratning 2% li eritmasi bilan yuviladi. Yuvadigan suyuqlikka ammiak hidi chiqqunga qadar biroz ammiak qo'shiladi. Cho'kmani yuvish xlorid ioni qolmagunga qadar davom ettiriladi. Cho'kmani yuvish tugagandan so'ng u voronka bilan quritish shkafiga qo'yiladi. Chala qurigan cho'kma oldindan tayyorlab qo'yilgan, aniq massali tigelga joylashtirilib, past alangada biroz qizdirib, filtr kulsizlantiriladi. Bunda filtrning alangalanib yonib ketmasligiga alohida e'tibor beriladi. Filtr kulsizlantirilgandan keyin cho'kma 1000-1100 °C da kuydiriladi. Kuydirish tugagandan so'ng tortiladigan shakl bo'lgan tigel eksikatorga joylashtirilib, tarozixona haroratigacha sovutiladi. Sovigan tigel tortiladigan modda bilan birga analitik tarozida tortiladi.

Hisoblash. Namuna tarkibidagi temirning massasini aniqlash uchun

$$m_{Fe} = m_{Fe_2O_3} \cdot \frac{2A_{Fe}}{M_{Fe_2O_3}} = m_{Fe_2O_3} \cdot F = m_{Fe_2O_3} \cdot \frac{2 \cdot 55,847}{159,69} = 0,6994 m_{Fe_2O_3}$$

formuladan foydalaniladi. Bu yerda, $m_{Fe_2O_3}$ – tortiladigan shaklning massasi. Temirning massa ulushi yuqoridagi kabi hisoblanadi.

Eslatma. Cho'ktirish pH=2-3 bo'lgan kislotali eritmadan, 75-90 °C da boshlanib, neytral yoki kuchsiz asosli muhitda (pH=7-9) tugatiladi. Eritmada bo'lgan temir (II) ioni oksidlanib, temir (III) ga aylantirilishi, kolloidlar hosil bo'lishining oldini olish va koagulyatsiyani tezlatish uchun eritmaga ammoniy nitrat qo'shilgan bo'lishi kerak. Analizga berilliy, alyuminiy, xrom, sirkoniy, titan, niobiy, tantal, vismut, talliy, galliy, indiy va boshqa ammiak bilan

cho'kadigan ionlar xalaqit berganligi uchun ular temir (III) gidroksidni cho'ktirishdan oldin ajratilishi kerak. Cho'ktirishga shuningdek, silikat, fosfat, borat, arsenat singari anionlar ham xalaqit beradi. Shu bois bu anionlar ham temir (III) gidroksidni cho'ktirishdan oldin ajratilishi kerak. Analizga ammiak ta'siridan cho'kmaydigan, lekin temir (III) gidroksid bilan birgalashib cho'kadigan mis, kalsiy, rux, nikel, kobalt singari ionlar ham xalaqit beradi. Cho'ktiriladigan eritmada temir (III) ni kompleksga bog'laydigan ftorid, fosfat, oksalat va organik oksibirikmalar bo'lmasligi kerak. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ni kuydirish vaqtida FeCl_3 ning uchuvchanligi tufayli temirning bir qismi yo'qolishi mumkin. Buning oldini olish uchun $\text{Fe}(\text{OH})_3$ cho'kmasi oldin ammoniy nitrat va ammiak aralashmasi, keyin issiq distillangan suv bilan yuvilishi kerak.

9.7. Kalsiy miqdorini aniqlash

Turli obyektlar tarkibidagi kalsiyni aniqlash uni eritmaga o'tkazish, masalan, CaCO_3 berilgan bo'lsa:



eritmada kalsiyni kalsiy oksalat shaklida cho'ktirish:

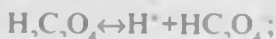


va uni kuydirib, kalsiy oksidi



olishga asoslangan.

CaC_2O_4 kristallari mayda bo'lib, filtrdan o'tib ketishga juda moyil cho'kma bo'lganligi uchun cho'ktirishni ehtiyotlik bilan to'yingan eritmada kislotali muhitda o'tkazish kerak. Bu vaqtda sodir bo'ladigan jarayonlarni quyidagicha izohlash mumkin. Oksalat kislota ikki bosqichda dissotsilanadi:



Eritmaga qo'shilgan kislota $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ionni teskari jarayon bo'yicha HC_2O_4^- va $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ bog'laydi, oqibatda eritmada oksalat ionni konsentratsiyasi kamayadi. Agar eritmaga tomchilatib ammiak eritmasi qo'shila borsa, eritmada vodorod ionni konsentratsiyasi sekin kamayib borishi natijasida yirik kristall cho'kma hosil qilish

va kalsiyning to'la cho'kishi uchun sharoit yaratiladi. Eritmadagi kalsiy amalda $\text{pH} \geq 3,3$ bo'lganda to'la cho'kadi. Kalsiy oksalat cho'kmasi ancha yaxshi eriydi ($K_a = 1,5 \cdot 10^{-8}$), shuning uchun ham cho'kmani yuvish uchun tarkibida oksalat ion bo'lgan distillangan suvdan foydalaniladi. Cho'kmani yuvganda undagi xlorid ion yo'qotiladi, aks holda cho'kma tarkibida bo'lishi mumkin bo'lgan kalsiy xlorid cho'kmani kuydirish paytida uchib ketadi va xatoga olib keladi.

Cho'kmani kuydirganda hosil bo'ladigan CaO gigroskopik modda bo'lib, havodagi namlik va karbonat anhidridni shiddat bilan yutadi. Shuning uchun kuydirish tugatilgandan so'ng qoldiqli sovuq tigel darhol eksikator ichidayoq byuksga joylanishi kerak.

Analizni bajarish tartibi. 250-300 ml hajmli stakanga taxminan tarkibida 0,1 g atrofida kalsiy bo'lgan tekshiriladigan modda namunasi tortimi solinadi. Analiz uchun kalsiy karbonat olingan bo'lsa, u 4-6 ml distillangan suv bilan ho'llangandan so'ng ehtiyotlik bilan unga 6 N HCl eritmasi stakan jo'mragi bo'ylab oz-ozdan quyiladi. Stakan chayqatilib, undagi moddalar aralashtirib turiladi. Stakandagi namuna to'liq erigandan keyin eritmaga 100 ml distillangan suv qo'shib, suyultiriladi va 70-80 °C haroratgacha qizdiriladi. Issiq eritmaga 2 tomchi metiloranj indikator eritmasidan tomizilgandan so'ng unga to'xtovsiz aralashtirib turgan holda tomchilatib, qizdirilgan 0,5 N ammoniy oksalat eritmasi qo'shila boshlanadi. Cho'ktiruvchi miqdori cho'ktiriladigan ion miqdoridan taxminan 1,5 baravar ortiq bo'lishi kerak. Zarur bo'lgan barcha cho'ktiruvchi qo'shib bo'lingandan keyin eritmaga indikator rangi pushtidan sariqqa o'tguncha ammiak eritmasi tomchilab qo'shiladi. Cho'ktirish tugaganidan so'ng cho'kmali eritma qaynab turgan suv hammomida kamida bir soat saqlanadi. Eritma tindirilishi bilan to'la cho'kish tekshiriladi. To'la cho'kishga erishgandan so'ng cho'kma ustidagi eritma filtr qog'ozga dekantatsiyalanib o'tkaziladi. Cho'kmani yuvish uchun cho'ktiruvchi ammoniy oksalat eritmasi 6-7 marta suyultiriladi va yuvish uchun ishlatiladi. Cho'kma filtrga to'liq o'tkazilgandan keyin filtrda ham yuviladi. Cho'kmani yuvish unda xlorid ionlari yo'qolguncha (kumush nitratning nitrat kislota ta'siridan cho'kma tushmasligi kerak) davom ettiriladi. Filtrlash va yuvish tugashi bilan voronka filtri bilan quritish shkafiga quritiladi va cho'kma filtr bilan birgalikda oldindan tayyorlab qo'yilgan massasi aniq

tigelga joylashtiriladi. Tigel gorelkaning past alangasida qizdirilib, filtr kulsizlantiriladi. Filtr kulsizlanib bo'lganidan so'ng tigel mufel pechida 1200 °C da doimiy massagacha kuydiriladi. Doimiy massaga erishilgandan keyin tigel eksikatorida sovitiladi va sovuq tigel oldindan tayyorlab qo'yilgan aniq massali katta byuksga joylanib, qopqog'i yopiq holda tortiladi.

Hisoblash.

Soat oynasining massasi – m_c ;

Soat oynasining namuna bilan massasi – m_A ;

Namuna tortimining massasi – $m_A = m_A - m_c$;

Tigelning massasi – m_t ;

Byuksning qopqog'i bilan massasi – m_b ;

Byuks, tigel va gravimetrik shakl massasi – m_A ;

Gravimetrik shakl massasi – $m_{CaO} = m_A - (m_b + m_t)$

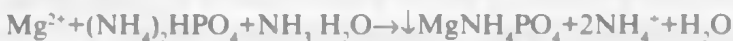
Kalsiyning namunadagi massa ulushi:

$$\omega = \frac{0,7147}{m_A} m_{CaO}$$

formula yordamida hisoblanadi.

9.8. Magniy miqdorini aniqlash

Magniyi aniqlash uni magniy ammoniy fosfat shaklida cho'ktirishga



va hosil bo'lgan cho'kmani kuydirib



olingan gravimetrik shaklni tortishga asoslangan. Magniy gidroksid hosil bo'lishining oldini olish uchun MgNH_4PO_4 ni cho'ktirish ammoniy tuzlari ishtirokida olib borilishi kerak. Qo'shiladigan ammoniy tuzining miqdori ham uncha ko'p bo'lmasligi kerak, chunki ammoniy tuzi miqdori ko'p bo'lganda $\text{Mg}(\text{NH}_4)_4(\text{PO}_4)_2$ hosil bo'lib, uni kuydirganda $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ bilan birgalikda P_2O_5 ham hosil bo'ladi:





MgNH_4PO_4 cho'kma suv bilan yuvilganda gidrolizlanadi:



shuning uchun cho'kmani yuvishda ammiakning suyultirilgan eritmasi ishlatiladi.

Analizni bajarish tartibi. Tarkibida magniy bo'lgan tuzning hisoblangan miqdori 100 ml suvda eritilib, unga 5 ml 6 N HCl, 2 tomchi metil qizil indikator va zaruriy miqdorda 10 % li ammoniy gidrofosfat eritmasi qo'shiladi. Indikator sariq rangga kirguniga qadar eritmani aralashtirib turgan holda konsentrlangan ammiak eritmasidan tomchilab qo'shiladi. Hosil bo'lgan eritmaga yana 4-5 ml ammiak eritmasidan qo'shib, aralashma 10-12 soatga qoldiriladi. Shu davr ichida eritmadagi magniy to'liq cho'kadi. Cho'kmani filtrlashga kirishishdan oldin to'la cho'kishni tekshirib ko'rish maqsadga muvofiqdir. Aniq natijalar olish uchun magniy ammoniy fosfatni qayta cho'ktirish tavsiya qilinadi. Bunda eritmada bo'lgan ammoniy tuzlarining hosil bo'ladigan cho'kma tarkibiga ko'rsatadigan ta'siri kamayadi va aniq MgNH_4PO_4 formulaga javob beradigan cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma «ko'k tasmali» filtrda filtrlanadi. Cho'kmani dekantatsiya vaqtida va filtrda yuvish uchun 2,5 % li ammiak eritmasi ishlatiladi. Cho'kmani yuvish filtratdan xlorid ionining sifat reaksiyasi ($\text{AgNO}_3 + \text{HNO}_3$) salbiy natija berguniga qadar davom ettiriladi. Filtrida cho'kma bo'lgan voronka quritish shkafida quritilgandan so'ng cho'kmali filtr oldindan tayyorlab qo'yilgan massasi aniq tigelga joylanadj va 1000-1100 °C da mufel pechida kulsizlantiriladi va doimiy massagacha kuydiriladi.

Hisoblash. Yuqoridagi tartibda qayd qilingan natijalar bo'yicha magniyning namunadagi miqdori (g):

$$m_{Mg} = m_{\text{Mg PO}_2} \cdot \frac{2Mg}{Mg \text{ PO}_2} = m_{\text{Mg PO}_2} \cdot 0,2185$$

va u yordamida magniyning namunadagi massa ulushi hisoblanadi:

$$\omega_{Mg} = \frac{m_{Mg}}{m_A}$$

9.9. Dolomit tarkibidagi kalsiy va magniy miqdorlarini aniqlash

Tabiatda ko'pincha kalsiy va magniy birga uchraydi. Shuning uchun ham ularni aniqlash muhim analitik vazifalardan hisoblanadi. Analizni bajarishda oldin kalsiyni kalsiy oksalat shaklida cho'ktirish kerak. Bunda cho'ktiruvchi sifatida ammoniy oksalatdan foydalanish zarur, chunki magniy ammoniy ioni ishtirokida yaxshi eriydi. Bu sharoitda magniy oksalat ion bilan kompleks hosil qilganligi uchun eritmada qoladi. Cho'ktirish vaqtida birgalashib cho'kish kuzatilishi oqibatida magniyning bir qismi cho'kmaga o'tib, uning massasini haqiqiy qiymatdan ko'ra oshiradi. Birgalashib cho'kishning oldini olish uchun birinchidan, dastlabki cho'ktirish suyultirilgan eritmadan o'tkazilishi, ikkinchidan, kalsiyni qayta cho'ktirishga to'g'ri keladi. Magniy cho'kma ajratib olingan filtrat va yuvindi suvlar tarkibida bo'ladi. Filtrat va yuvindi suvlar qo'shilgandan so'ng eritma bug'latilib, konsentrlanadi; bu vaqtda eritmada ko'p miqdorda bo'lgan ammoniy tuzlari ham yo'qotiladi. Shundan keyingina $MgNH_4PO_4$ cho'ktiriladi.

Agar analiz obyekti sifatida tabiiy dolomit olingan bo'lsa, tegishli texnikaviy maqsadga to'g'ri kelishini baholash uchun uning tarkibidagi kalsiy va magniydan tashqari erimaydigan moddalar, kuydirishda bo'ladigan yo'qotishlar, Fe_2O_3 , Al_2O_3 , kalsiy va magniy oksidlari, karbonat angidrid ham aniqlanishi kerak bo'ladi.

Analizni bajarish tartibi. Kalsiyni aniqlash. Tarkibida ~0,1 g kalsiy va ~ 0,07 g magniy bo'lgan namunaga xlorid kislota eritmasidan 5 ml va 0,5 N ammoniy oksalat eritmasidan 50 ml qo'shib, eritmaning hajmi taxminan 200 ml bo'lguncha suv bilan suyultiriladi. Hosil bo'lgan eritmaga 3-4 tomchi metiloranj eritmasidan tomizib, 70-80 °C gacha qizdiriladi. Metiloranjning pushti rangi tamoman sariqqa o'tguncha eritmaga 2,5 % li ammiak eritmasidan sekundiga 1-2 tomchidan qo'shib, kalsiy cho'ktiriladi. Cho'ktirish davomida eritmani shisha tayoqcha bilan to'xtovsiz tez aralashtirib turish lozim. Cho'ktirish tugagandan so'ng aralashma 1,5-2 soat davomida tindiriladi.

Tiniq eritma dekantatsiyalanib, eritma «ko'k tasmasi» filtr orqali o'tkaziladi. Dekantatsiyalash uchun tarkibida 0,5 N ammoniy oksalatning 5-6 marta suyultirilgan eritmasi ishlatiladi. Dekantatsiyalash vaqtida cho'kma mumkin qadar filtrga tushmasligi zarur. Chayindi suvlar filtratga qo'shiladi. Dekantatsiyalab yuvilgan cho'kma ~5 % li HCl ning issiq

eritmasida eritiladi. Filtr ustiga o'tgan kam miqdordagi cho'kma ham kislota eritmasini filtr qog'ozi bo'ylab quyib eritiladi. Kislota filtrdan to'liq o'tib bo'lganidan keyin filtr 3-4 marta qaynoq suv bilan yuviladi. Olingan kislotali eritmaga ~20 ml ammoniy oksalat eritmasi qo'shilganda cho'kma hosil bo'lsa, xlorid kislota eritiladi va eritmaning umumiy hajmi suv bilan 100 ml ga yetkazilib, eritma isitilgandan so'ng unga ammiak eritmasi qo'shiladi va yuqoridagi tartibda kalsiy qayta cho'ktiriladi. Cho'kma amalda to'la cho'kishi uchun aralashma 1,5-2 soat (ko'p qo'yib qo'yish yaramaydi, aks holda magniy birgalashib cho'kadi) qoldiriladi va cho'kma filtrlanadi. Cho'kmani filtrlash va keyingi amallar 7-bandda «Kalsiy miqdorini aniqlash» tartibida amalga oshiriladi.

Magniyini aniqlash. Kalsiyini cho'ktirishda olingan har ikki filtratni va cho'kma yuvilgandagi yuvindi suvlarni qo'shib, umumiy hajmi ~100 ml bo'lguncha suv hammomida bug'latiladi. Eritmaga 2-3 tomchi metiloranj solib, indikatorning rangi sariqdan pushti-qizilga o'tguncha xlorid kislota qo'shiladi. So'ngra eritmadagi magniy $MgHPO_4$ shaklida yuqorida 3.8-bandda ko'rsatilgan tartibda cho'ktiriladi. $MgHPO_4$ cho'ktirilgandan so'ng 2-3 soat tindirishga qo'yiladi. Tindirilgan eritma 2,5 % li ammiak eritmasi bilan 5-7 marta yuvilib, dekantatsiyalanadi. Dekantatsiyalashda suyuqlik filtr orqali o'tkaziladi. Dekantatsiyalash tugagandan so'ng cho'kmali stakan voronka ostiga qo'yilib, filtrga o'tgan cho'kma zarralari (1:1) suyultirilgan xlorid kislota filtr bo'ylab bir tekis quyib eritiladi. Filtrdagi va stakandagi cho'kma to'liq erib ketgach, filtr 1 % li xlorid kislota eritmasi bilan yana 7-8 marta yuviladi va eritmaning umumiy hajmi ~100 ml bo'lguniga qadar suv qo'shiladi. Shundan keyin stakandagi eritmaga natriy gidrofosfat eritmasidan 4-6 ml qo'shiladi va magniy yuqoridagi kabi cho'ktiriladi. Shundan so'ng magniy gidrofosfatga ammiak ta'sir ettirib, qayta cho'ktiriladi. Hosil bo'lgan cho'kma yuqoridagiday tindirilgandan so'ng filtrlanadi, yuviladi va undan magniyning miqdori aniqlanadi.

Kuydirgandagi yo'qotishlarni aniqlash. Qattiq qizdirganda dolomit namlik, uglerod (IV) oksid va organik moddalardan tozalanadi. Dastlab gigroskopik namlik aniqlanadi. Shundan keyin namuna tortimi mufel pechida doimiy massagacha quydiriladi. Moddaning kuydirishgacha va kuydirilgandan keyingi massalari farqi uning kuydirgandagi yo'qotishini ko'rsatadi.

Massasi 0,5-0,7 g bo'lgan dolomit namunasi aniq massali chinni tigelga joylashtiriladi va quritish shkafiga namlikni aniqlash uchun 3.4-banddagi kabi quritiladi. Namlik aniqlangandan so'ng quruq

namunali chinni tigel mufel pechiga qo'yilib, 1 soat davomida 1200 °C da kuydiriladi. Kuydirish tugagandan keyin chinni tigel eksikatorida sovitiladi va tortiladi. So'ngra tigeldagi namuna yana yarim soatcha kuydiriladi. Yuqoridagi kabi sovitib tortilgan namuna doimiy massagacha kuydirilishi kerak (qoldiq keyingi aniqlashlar uchun olib qo'yiladi). Quritish va kuydirgandagi massaning kamayishi bo'yicha namlik va yo'qotish aniqlanadi.

Kislotalarda erimaydigan moddalarni aniqlash. Dolomit namunasini xlorid kislota bilan ishlaganda unda bo'lgan silikat angidrid va silikat kislota kabi erimaydigan moddalar cho'kmada qoladi. Natijada hosil bo'lgan kislotali eritma quriguncha bug'latiladi. Xlorid kislota bilan ishlash va bug'latish bir necha marta takrorlanadi. Qoldiq eritmadan ajratiladi va doimiy massagacha quritilib, sovitilgandan so'ng tortiladi. Bunda silikat kislota silikat angidridga aylanadi:



Analizni bajarish uchun kuydirgandagi yo'qotishni aniqlash vaqtida qolgan qoldiq chinni tigelga joylashtiriladi va oldin distillangan suvning 2-3 ml bilan, so'ngra konsentrlangan xlorid kislota 5 ml bilan ishlanadi. Aralashma suv hammomida quriguncha bug'latiladi va quruq qoldiq chinni tigelda qum hammomida 40 daqiqa chamasi qizdiriladi. Aralashma sovigandan so'ng yana oldin 5 ml hajmli konsentrlangan xlorid kislota bilan va keyin 30 ml hajmli distillangan suv bilan ishlanadi. Olingan aralashma suv hammomida qizdirib, kulsiz filtr yordamida filtrlangandan so'ng (1-cho'kma) qaynoq suv bilan astoydil yuviladi. Filtrat va yuvindi suvlar dastlabki bug'latish o'tkazilgan chinni tigelga to'planib, quriguncha bug'latiladi. Qoldiq qizdirilgandan keyin xlorid kislota bilan ishlanadi. Hosil qilingan eritma cho'kmadan filtrlab ajratiladi (2-cho'kma) va yuviladi. Filtrat va yuvindi suvlar stakanga to'planib, keyingi aniqlashlar uchun olib qo'yiladi. 1- va 2-cho'kmalar filtrlari bilan tortilgan tigelga solinib, kulsizlantiriladi va doimiy massagacha kuydirilgach, sovitilgandan keyin tortiladi.

Hisoblash yuqoridagi singari amalga oshiriladi.

Temir, alyuminiy va boshqa oksidlarni aniqlash. Ammiak ta'siridan $\text{Me}(\text{OH})_3$ tarkibli gidroksidlarni hosil qiladigan kationlarni Me_2O_3 shaklida aniqlash mumkin:



Erimaydigan qoldiqni ajratgandan keyin qolgan filtratga temir (II) ni temir (III) ga aylantirish uchun 2 tomchi bromli suv eritmasi tomiziladi va mo'rili shkafda brom to'liq chiqib ketguniga qadar qaynatiladi. Qaynoq eritmaga 2 tomchi metiloranj indikator eritmasidan tomizilgach, eritmani aralashtirib turgan holda undan ammiak hidi kelguniga qadar konsentrlangan ammiak eritmasi qo'shiladi. Natijada uch valentli metall ionlari gidroksidlar holida cho'kadi. Cho'kma filtrlangan va yuvilgandan so'ng unga ammiak va ammoniy nitrat qo'shiladi. Oksidlar aralashmasini aniqlash temirni aniqlashdagi kabi amalga oshiriladi.

Hisoblash yuqoridagi singari amalga oshiriladi.

9.10. Nikel miqdorini aniqlash

Nikel dimetilgliksimat, α -benzildioksim, gidroksid, sulfid va boshqa shakllarda gravimetrik aniqlanishi mumkin.

Quyida nikelni dimetilgliksimat shaklida aniqlash qarab chiqiladi. Nikel ioni dimetilgliksim bilan ta'sirlashganda qirmizi-qizil rangli ichki kompleks birikma – nikel dimetilgliksimat hosil qiladi. Hosil bo'ladigan cho'kma g'ovak bo'lganligi uchun namuna tarkibidagi nikelning massasi 20 mg dan ortiq bo'lmasligi kerak. Reaksiya natijasida olinadigan cho'kma amalda ammiak, ammoniy tuzlari, atsetatli bufer va boshqalarda erimaydi, uni mineral kislotalar va sianid eritmalari, shuningdek, spirtida eritish mumkin. Nikelni aniqlashga temir (III), alyuminiy, titan, fosfat, arsenat, borat, oksalat va boshqa qator ionlar xalaqit beradi. Shuning uchun ham cho'ktirish kuchsiz kislotali muhitda boshlanadi.

Analizni bajarish tartibi. Tarkibida aniqlash mo'ljallangan miqdordagi nikel bo'lgan, 200 ml gacha suyultirilgan stakandagi sovuq eritmaga 6 N HCl eritmasidan 4-5 tomchi tomizib, suv hammomida qariyb qaynaguncha qizdiriladi. So'ngra eritmani hammomdan olib, uzluksiz aralashtirib turgan holda unga dimetilgliksimning spirtli eritmasi tomchilab qo'shiladi. Odatda dimetilgliksim miqdori nikel miqdoridan 1,5 baravar ko'proq bo'lishi kerak. Dimetilgliksim

eritmasini qo'shish to'xtatilgandan keyin eritmani aralashtirishni davom ettirib turgan holda unga 2 N ammiak eritmasidan ammiak hidi kelguniga qadar tomchilatib, qo'shiladi. Ammiak qo'shish tugagandan so'ng cho'kmali stakan suv hammomida 2-3 soat qizdiriladi. Qizdirish tugagach, stakaning og'zi yopilib, cho'kmani amalda to'la cho'kishi uchun keyingi kunga qoldiriladi. Cho'kma doimiy massaga keltirilgan mayda tirqishli shisha filtr yordamida vakuum ostida filtrlanib, 120-125 °C haroratda quritiladi va tortiladi.

Hisoblash yuqorida keltirilganiday amalga oshiriladi.

X BOB

10. TITRIMETRIYA

Titrimetrik analizda titri aniq bo'lgan eritmalaridan foydalanib, titri noma'lum eritmalarining titrlari aniqlanadi. Titrlash usullari qo'llaniladigan reaksiyalar (protolitometriya, oksredmetriya, kompleksimetriya va cho'ktirish usullari), titrlash amalini bajarish (bevosita, bilvosita, teskari va reversiv) va titrlash uchun namuna olish (pipetkalash va ayrim namunalar) bo'yicha bo'linadi.

10.1. Titrimetrik analizda qo'llaniladigan asboblari, ularni darajalash qoidalari

Eritmalarining hajmini o'lchash. Eritmalarining hajmlari litrlar va kub metrlarda yoki ularning ulushlarida o'lchanadi. Eritmalarining hajmlarini aniq o'lchash titrimetriyada eng mas'ulyatli ishlardan hisoblanadi, chunki hajmni o'lchash aniqligi analizning aniqligi bilan bevosita bog'liq. Titrimetrik analizda qo'llaniladigan muhim o'lchov asboblari byuretkalar, pipetkalar va o'lchov kolbalari kiradi.

O'lchov idishlarining sig'imini aniqlash uchun ular darajalanadi. Bunday maqsadda unga solingan yoki undan to'kilgan distillangan suvning massasi o'lchanadi. Suvning massasini o'lchashda uning harorati muhim ahamiyatga ega. Suvning 4°C dagi zichligi 1 g/ml bo'lganligi uchun uy haroratida 1 l hajmli suv 1 kg dan kam bo'ladi. Shuning uchun ham suvga $1000-1000\rho$ (bu yerda, ρ – suvning berilgan temperaturadagi zichligi) *tuzatish* kiritiladi. Bundan tashqari havoda tortishga ham tuzatish kiritiladi, chunki jismning massasi havoning massasi miqdorida haqiqiy massasidan farq qiladi. Odatda bu qiymat katta bo'lmaganligi uchun uni hisobga olmaslik ham mumkin.

Kolbaning sig'imini tekshirish tartibi. O'lchov kolbalari $25 - 2000\text{ ml}$ sig'imli bo'lib, ularda hajm va uni o'lchash temperaturasi (odatda 20°C) ko'rsatilgan bo'ladi. Kolbaning haqiqiy hajmi unda ko'rsatilgandan farq qilishi mumkin. Shuning uchun uning sig'imi tekshiriladi.

Yuqub tozalangan kolbalar uy temperaturasida quritiladi. Quritilgan kolba uning hajmiga teng massali tarozi toshi bilan texnik tarozining chap pallasiga qo'yiladi, tarozining o'ng pallasiga metall

bo'laklari (rux, mixlar) qo'yiladi va tarozi muvozanatga keltiriladi. So'ngra tarozi toshlari olinib, o'lchov kolbasining belgisiga qadar distillangan suv quyiladi. Belgidan yuqoridagi suv tomchilari o'ralgan filtr qog'oz yordamida olib tashlanadi. Suvli kolba yana tarozining pallasiga qo'yiladi. Bunda tarozining o'ng pallasidagi yuk massasi bilan suvli kolba massasi tarozini muvozanatga keltirmasligi mumkin. Bunday holda tarozining o'ng yoki chap pallasiga mayda milligramm massali toshlar qo'yish bilan muvozanatga keltiriladi. Kolbadagi suvning massasi massalar farqidan topiladi. Agar mayda milligramm massali toshlar chap pallaga qo'yilib, tarozi muvozanatga keltirilsa, u holda suvning massasi nominalga to'g'ri keladigan massadan, masalan, 250 ml kolba olingan bo'lsa, 250 g dan kichik bo'ladi, aks holda esa 250 g dan katta bo'ladi. Faraz qilaylik, tarozining chap pallasiga 0,45 g tosh qo'yilgan bo'lsin. Bu kolbadagi suvning massasi shu pallaga oldin qo'yilgan toshlar massasidan 0,45 g kam ekanligini ko'rsatadi. Shunday qilib, suvning massasi $250 - 0,45 = 249,55$ g ga teng bo'ladi.

Agar kolbaning sig'imi 20 °C da aniq 250 ml bo'lsa, tajriba sharoitidagi temperaturada uning massasi qanday bo'lishini hisoblab topish mumkin. Kolbadagi suvning temperaturasi termometr yordamida 2-3 *daqqa* davomida 0,5 °C aniqlikda o'lchanadi. Faraz qilaylik, kolbaga solingan suvning temperaturasi 24 °C ga teng. O'lchov idishlarini darajalash jadvalida shu temperatura qarshisidagi oxirgi ustunda 996,39 soni turadi. U 20 °C da aniq 1,0 sig'imga ega bo'lgan biror shisha idishga sig'adigan suvning 24 °C da havoda tortilgandagi massasi qancha bo'lishini ko'rsatadi. 250 ml suvning massasi esa $996,39 : 4 = 249,10$ g amalda topilgan massa (249,55 g) dan 0,45 g ko'p. Bu esa kolbaning sig'imi 250 ml dan 0,45 ml ortiq, ya'ni 250,45 g/ml ekanligini ko'rsatadi.

O'lchov kolbasini darajalash natijalarini hisoblash:

1. Kolbadagi suvning massasi, g. Suvning temperaturasi, °C.
2. O'lchangan temperaturada aniq hajmli kolbadagi suvning massasi, g. (Ma'lumotnomadan olinadi).
3. Suvning tajribada o'lchangan massasi va ma'lumotnomadan olingan suv zichligi asosida hisoblangan massalarining farqi, g.

Pipetkaning haqiqiy sig'imini tekshirish. Kichik kolba (50 yoki 100 ml hajmli) analitik tarozida 0,001 g aniqlikda tortiladi. Boshqa idishdan pipetka bilan distillangan suv olinadi. Suv sathi pipetka belgisidan yuqorida bo'lishi kerak, pipetkaning pastki qismi filtr

qog'oz bilan quritilib, undan so'ng belgisiga keltiriladi va analitik tarozida tortilgan bo'sh kolbaga quyiladi. Kolbaning bo'g'zi tiqin bilan berkitilib, yana analitik tarozida 0,001 g aniqlikda tortiladi. Suvning massasi massalar farqidan topiladi. Tajriba bir necha marta takrorlanadi va o'rtachasi olinadi. Natijalar orasidagi farq 0,005 g dan ortiq bo'lmasligi kerak. Pipetkaning sig'imi xuddi o'lchov kolbasining sig'imini o'lchashdagi kabi hisoblanadi.

Tortish natijalari:

Kolbaning suv bilan massasi, g. Bo'sh kolbaning massasi, g.

Suvning massasi, g. Suvning ortiqcha massasi, g. Suvning temperaturasi, °C.

Hajmi aniq pipetkadan quyilgan suvning massasi, g.

Hajmi aniqlanayotgan pipetkadan quyilgan suvning haqiqiy hajmi, ml.

Alikvot ko'paytuvchi kolba hajmining pipetka hajmiga nisbati, ml.

Kolba bilan ishlaganda bo'g'zining yuqori qismidan ushlash kerak. Kolbaning pastki qismlaridan ishlaganda uning sig'imi va o'lchanayotgan suyuqlikning hajmi ortadi. Kolbani suv yoki eritma bilan to'ldirishdan avval stolning yorug' va tekis joyiga qo'yish kerak. Agar kolbada modda eritilmoqchi bo'lsa, modda kolbaga joylangandan so'ng uning 2/3 qismigacha erituvchi solinishi mumkin. Modda va erituvchi solingan kolba sekin chayqatilib, undagi modda eritiladi. Ayrim hollarda yomon eriydigan moddalarni eritish uchun qizdirishga to'g'ri keladi. Bunday hollarda eritiladigan modda boshqa issiqlikka chidamli idishda eritilib, sovitilgandan keyin o'lchov kolbasiga o'tkaziladi. Shundan so'ng kolbadagi eritma erituvchining yangi ulushi bilan suyultiriladi, oxirgi 1-2 ml erituvchi tomchilab qo'shiladi. Bunda ko'z va kolba chizig'i bir tekislikda bo'lishi kerak. Kolba chizig'i va suyuqlik meniskining pastki qismi (rangli eritmalar uchun yuqorigi qismi) to'g'ri kelishi kerak. Kolbaning bo'g'zida qolgan erituvchi tomchilari o'ralgan filtr qog'ozi yordamida olib tashlanadi. So'ngra kolbaning qopqog'ini yopib, yaxshilab aralashtiriladi. O'lchov kolbalarini qizdirish, ularda eritmalarini uzoq muddat saqlash va qiyin eriydigan moddalar eritmalarini ularga quyish va saqlash qat'iyan man qilinadi. Ishlatishdan oldin kolba tozalanishi kerak. Kolba va boshqa idishlarni tozalash uchun xromli aralashma (*to'yingan kaliy dixromatning sovuq eritmasi va konsentrlangan sulfat kislotani teng hajmlarda aralashtirib*

tayyorlanadi. Xromli aralashma teri yoki kiyimga tushsa kuydiradi, shuning uchun u bilan ehtiyot bo'lib ishlash, qoldiqlarini yana o'z idishiga solib qo'yish kerak) ishlatiladi. Ayrim hollarda tozalashning boshqa usullaridan foydalaniladi. Yuvilgan idishdagi suv to'kilganda, idish devorlarida tomchi qolmasa, u toza hisoblanadi.

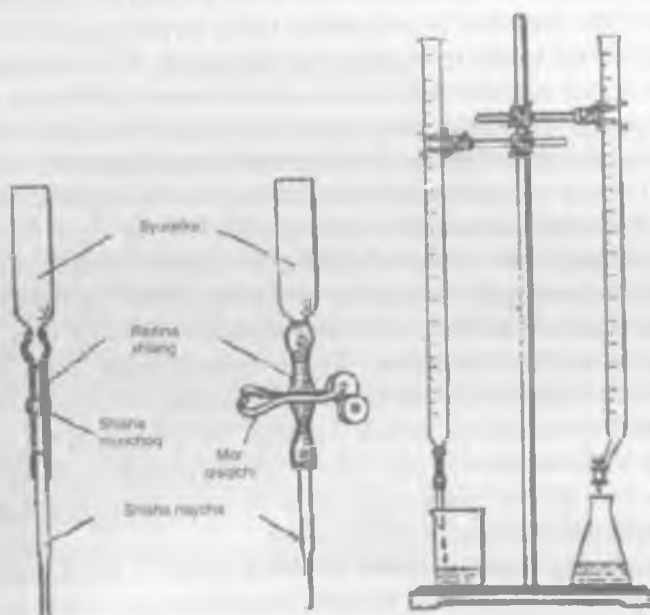
Pipetkaning sig'imini tekshirish tartibi. O'lchov pipetkalari 5, 10, 15, 20 25, 50 va 100 ml sig'imli bo'lib, ularda hajm va uni o'lchash temperaturasi (odatda 20 °C) ko'rsatilgan bo'ladi. Bulardan tashqari darajalangan 1, 2, 5, 10 ml sig'imli pipetkalar ham keng qo'llaniladi. Pipetkaning haqiqiy hajmi ham unda ko'rsatilgandan farq qilishi mumkin. Shuning uchun uning sig'imi tekshiriladi.

Pipetkalar bilan ishlash qoidalari. Pipetkalarining o'rta kengaygan qismiga tegmaslik kerak, chunki uning qo'l issig'i bilan kengayishi natijasida o'lchanadigan suyuqlikning hajmi noto'g'ri bo'ladi. Ish vaqtida pipetkaning yuqorigi qismiga so'rg'ich ulangan shlang kiydirilib, pipetkaning shu qismidan katta va o'rta barmoqlar bilan ushlash kerak. So'rg'ich kaftda ushlanadi, ko'rsatkich barmoq pipetkaga suyuqlik so'rilgandan keyin unga kiydirilgan shlangni qisib berkitish uchun ishlatiladi. Chap qo'l bilan suyuqlik olinadigan idish ushlanib, unga pipetka tushiriladi. Pipetkani suyuqlikka botirishdan oldin so'rg'ich qisilgan bo'lishi kerak. Suyuqlikni pipetkaga tortish uchun kaftdagi qisilgan so'rg'ich sekin qo'yib yuboriladi. Bunda pipetkaga suyuqlik so'riladi. Suyuqlikning sathi pipetkaning chizig'idan sal yuqoriroq ko'tarilganda ko'rsatkich barmoq bilan pipetkaga kiydirilgan rezina shlang pipetkaning og'ziga qisiladi. Bu suyuqlikning pipetkadan oqib tushishiga yo'l qo'ymaydi. Pipetkaning chizig'idan yuqoridagi ortiqchasini ko'rsatkich barmoq bilan qisilgan rezinani sekin bo'shatib to'kiladi. Pipetkaning chizig'i bilan suyuqlik *meniskining* pastki qismi tenglashgach (bunda pipetka chizig'i bilan ko'z bir xil balandlikda bo'lishi kerak), rezina yana qattiq qisiladi va pipetka titrlash kolbasiga o'tkaziladi. Pipetkadagi suyuqlikni titrlash kolbasiga quyish uni vertikal ushlagan holda sekin bajarilishi kerak, aks holda suyuqlikning bir qismi pipetka devorlarida qolib ketadi. Pipetkaning uchida qolgan suyuqlikni titrlash kolbasiga to'liq o'tkazish uchun uning uchini titrlash kolbasining devoriga tegizish kerak. Pipetkani to'ldirish va bo'shatishning boshqa usullarini ham qo'llash mumkin, biroq ish vaqtida faqat bir usulnigina qo'llash kerak. Suyuqlikni pipetkaga bosim ostida ham o'tkazish mumkin. Buning uchun konussimon kolba yo'g'onroq to'g'ri va ingichka naylar

kiydirilgan tiqin bilan berkitiladi. Ingichka nay puflagichga rezina shlang yordamida ulangan bo'lishi kerak. Yo'g'on shisha nayga tiqinli pipetka zich kiradigan bo'lishi kerak. Pipetkani yo'g'on nayga zich berkitgandan so'ng konussimon kolbadagi suyuqlikni unga puflagich yordamida puflab, bosim hosil qilib to'ldirish mumkin. Pipetka chizig'igacha to'lgandan keyin uning og'zini ko'rsatkich barmoq bilan zich berkitib, undagi suyuqlikni titrlash idishiga o'tkazish mumkin. Ishlatiladigan pipetkalar maxsus pipetka shtativlarida saqlanadi. Uning uchi sinib ketishiga yo'l qo'yilmasligi kerak.

Pipetkani ifloslantirmaslik analiz natijasining to'g'riligini ta'dqiqalaydi. Ifloslangan pipetkalar xromli aralashma (ishlash qoidasiga qat'iy amal qilgan holda) bilan astoydil yuvilishi kerak.

Pipetkaning haqiqiy hajmi nominaldan farq qilishi mumkinligini hisobga olinib, uning hajmi tekshirilib turilishi kerak. Pipetkaning hajmi unga so'rdirilgan suvning massasini o'lchash orqali aniqlanadi.



10.7-rasm. Jo'mraksiz byuretkalar (1) va byuretkalarning shtativga o'rnatilishi (2)

Buning uchun sig'imi pipetka sig'imidan katta bo'lgan quruq kolbaning massasi o'lchanib, unga pipetkadagi suv quyiladi va suv bilan kolbaning massasi o'lchanadi. O'lchash uch marta takrorlangandan so'ng natija yuqoridagiday hisoblanib, pipetkaning hajmini xuddi o'lchov kolbaning hajmini o'lchagandagi kabi hisoblanadi.

Byuretkaning sig'imini tekshirish tartibi. Titrlash uchun ishlatiladigan byuretkalar 1, 5, 10, 20 25, 50 va 100 ml/sig'imli bo'lib, ularda ham hajm va uni o'lchash temperaturasi (odatda 20 °C) ko'rsatilgan bo'ladi. Pipetkaning haqiqiy hajmi ham unda ko'rsatilgandan farq qilishi mumkinligi uchun uning sig'imini tekshirish kerak.

Byuretkalar bilan ishlashda ularni vertikal holatda shtativga o'rnatish (3.7-rasm) kerak. Byuretkadan foydalanishga kirishishdan oldin u tozalanishi kerak. Iflos byuretkaga tozalab yuvilgandan so'ng unga titrant solinadi. Byuretkalar kranli, sharikli yoki shlangli bo'ladi. Har ikkala holda ham byuretkaning pastki qismi suyuqlik bilan to'ldirilgan bo'lishi kerak, aks holda hajmni o'lchash noaniq bo'ladi. Har bir ishini boshlashdan oldin byuretkaga titrant bilan yuqorigi chizig'igacha to'ldirilgan bo'lishi kerak. Byuretkani titrant bilan to'ldirish uchun kichikroq toza voronkadan foydalanish qulay. Titrlashda qo'shiladigan titrant hajmini kuzatish vaqtida suyuqlik sathi bilan ko'z bir xil balandlikda bo'lishi kerakligiga e'tibor berish kerak. Titrlash vaqtida byuretkadagi suyuqlik sekin oqizilishi kerak, bunda byuretkaga devorlaridagi suyuqlik to'liq oqib tushadi. Titrlashning oxirida qo'shiladigan titrant tomchilanadi. Byuretkadagi suyuqlik kamida bir titrlashga yetarli bo'lishi kerak. Parallel titrlashlar natijalari (titrant hajmlari) orasidagi farq 1-3 % xato oralig'ida bo'lishi kerak. Kranli byuretkaning krani ishqor eritmasi bilan qoldirilsa, yopishib qoladi. Shuning uchun ham titrlash tugagach, byuretkadagi titrant (qanaqa bo'lishidan qat'i nazar) to'kiladi va byuretkaga toza suv bilan astoydil yuviladi va distillangan suv bilan to'ldirilib, qoldiriladi. Byuretkaning krani grafit qalam yordamida «moylangan» bo'lishi kerak.

Byuretkaning haqiqiy hajmini tekshirish uchun u distillangan suv bilan yuqorigi chizig'igacha to'ldiriladi. Byuretkaga ostiga analitik tarozida tortilgan qopqoqli byuks o'rnatilib, unga muayyan hajm (masalan, 5 ml) suv sekin oqiziladi va qopqoq berkitilib uning massasi o'lchanadi. Yana byuretkaga chizig'igacha to'ldirilib, boshqa aniq o'lchangan byuksga undan ko'proq hajm (masalan, 10 ml) suv oqiziladi va uning massasi

o'lchanadi. Shu tariqa bir necha xil hajmli suv massalari oqizilib byuretkaning haqiqiy hajmi topiladi. Suvli byuks massasi bilan bo'sh byuks massasi orasidagi farq suvning massasiga to'g'ri keladi.

O'lchov natijalari quyidagicha yozilishi mumkin:

Byuretka shkalasidagi o'lchov:	Birinchi tortish natijasi, g
0-5; 0-10; 0-15 va hk.	
Bo'sh byuks massasi, g	Ikkinchi tortish natijasi, g
Suvli byuks massasi, g	Uchinchi tortish natijasi, g
Suvning massasi, g	Tortishlarning o'rtacha qiymati, g

Byuretkaning hajmiga kiritiladigan tuzatish $DV = V_h - V_n$. Bu yerda, V_h – byuretkaning haqiqiy hajmi, ml; V_n – byuretkaning nominal (ko'rsatilgan) hajmi, ml. Byuretkaning haqiqiy hajmi:

$$V_h = \frac{m_{H_2O}}{g_{20}} 1000 \quad \text{Bu yerda, } m_{H_2O} \text{ – byuretkadan oqizilgan suvning}$$

$$\text{massasi, g; } \frac{1000}{g_{20}} \text{ – suvning zichligi, g/ml.}$$

Tuzatish hisoblangandan so'ng uning qiymati ishorasiga mos ravishda byuretkaning nominal qiymati qo'shiladi (ayiriladi) va shu tariqa eritmaning haqiqiy hajmi hosil qilinadi.

Ayrim hollarda tomchilab titrlash amalga oshiriladi. Bunday hollarda bir tomchining hajmini bilish muhim ahamiyatga ega.

Tomchining hajmini baholash uchun byuretka suvga to'ldiriladi va uning sathi yuqorigi chiziqning ko'rsatishiga to'g'rilanadi. Byuretkaga ostiga biror idish qo'yib, sekin-asta undagi suyuqlik tomchilatila boshlanadi va tomchilar soni sanaladi. Byuretkadan 1, 2, 4, 7, 10 va hk. ml hajmlarga to'g'ri keladigan tomchilar soni aniqlanadi. Tegishli suyuqlikning hajmini undagi tomchilar soniga bo'lib, bir tomchining hajmi hisoblanadi. Byuretkaning ichki devori tekis bo'lmaganligi uchun turli hajmlar uchun hisoblangan qiymatlardan o'rtachasi topilishi muhimdir.

10.2. Kislota-asosli titrlash (protolitometriya)

Kislota-asosli reaksiyalarga asoslangan barcha titrimetrik (hajmiy) aniqlashlar kislota-asosli titrlash usuliga kiradi. Bu usulda biror

kislotalarning titrlangan eritmasidan foydalanib, ishqorlarning miqdorini yoki ishqorning titrlangan eritmasidan foydalanib, kislotalarning miqdorini aniqlash mumkin. Shuningdek, kislota-asosli reaksiyalar bilan bog'liq boshqa aniqlashlar ham o'tkaziladi. Masalan, gidrolizlanish natijasida kuchli ishqoriy muhitga ega bo'ladigan va shuning uchun ham kislotalar bilan titrlanadigan Na_2CO_3 va $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ga o'xshash ba'zi tuzlar, suvning qattiqligi, ammoniyli tuzlar, organik birikmalar tarkibidagi azotni aniqlash kabilar bunga misol bo'ladi.

Kislota-asosli atsidentimetriya usulining asosiy ish eritmaları kuchli kislotalar - HCl , HClO_4 yoki H_2SO_4 , alkalimetriya usulining asosiy ishchi eritmaları ishqorlar - NaOH , KOH yoki tetraalkil (tetrametil-, tetraetil-, tetrabutil-) ammoniy gidroksidlar eritmasidir. Lekin bu moddalar boshlang'ich moddalarga qo'yiladigan talablarga javob bermaydi. Shuning uchun ularning titrlangan eritmalarini bevosita namuna tortimlari asosida tayyorlab bo'lmaydi. Bunday moddalarning taxminiy konsentratsiyali eritmaları tayyorlanib, ularning titri ma'lum titrli standart eritma yordamida aniqlanadi. Kislotalarning titrini aniqlash uchun qayta kristallanganda toza holda dastlabki moddalarga qo'yiladigan talablarga javob beradigan bura ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) yoki soda ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), ishqorlarning titrini aniqlash uchun esa, ko'pincha, oksalat kislota ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) yoki kahrabo kislota ishlatiladi.

10.3. Titrlash uchun eritmalar tayyorlash

Xlorid kislotalarning taxminiy 0,1 N eritmasini tayyorlash. Xlorid kislota dastlabki moddalarga qo'yiladigan talablarga javob bermaydi. Shuning uchun odatda uning taxminiy konsentratsiyali eritmasi tayyorlanib, uning titri buraning standart eritmasi yordamida aniqlanadi. Xlorid kislotalarning taxminiy 0,1 N eritmasini tayyorlash uchun laboratoriyada mavjud bo'lgan konsentrlangan kislotalarning molyar konsentratsiyasini uning zichligi (ρ) bo'yicha ma'lumotnomadan (Ю. Ю. Лупе. Справочник по аналитической химии. – М.: Химиya, 1979) topamiz va tayyorlanishi mo'ljallangan hajmli (V_k) eritmani tayyorlash uchun talab etiladigan kislotalarning hajmi quyidagi formula bilan hisoblanadi:

$$V_{\text{HCl}} = \frac{0,1 \cdot V_k}{c_{\text{HCl}}}$$

Agar ma'lumotnomadan konsentrlangan kislotaning massa ulushi (ω) olingan bo'lsa, uni normal konsentratsiyaga aylantirish uchun

$N_{HCl} = \frac{10 \cdot \omega \cdot \rho}{36,453}$ formuladan foydalaniladi. Masalan, 250 ml 0,1 N eritma tayyorlanishi kerak bo'lsa, zichligi 1,19 g/sm³ bo'lgan 38 % li

HCl eritmasining normalligi: $N_{HCl} = \frac{10 \cdot 38 \cdot 1,19}{36,453} = 12,40 \text{ N}$

bo'ladi va undan

$$V_{HCl} = \frac{0,1 \cdot V_1}{c_{HCl}} = \frac{0,1 \cdot 250}{12,4} = 2,016 \text{ ml}$$

olib, 250 ml hajmli kolbada eritib, eritma hajmini distillangan suv bilan kolbaning belgisigacha yetkazish kerak.

Buraning 0,1000 N birlamchi standart eritmasini tayyorlash. Buraning ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) molyar massasi 381,37 g/mol ga teng. Bura HCl bilan quyidagi tenglamaga muvofiq reaksiyaga kirishadi:



Shuning uchun bura ekvivalentining molyar massasi uning molekulyar massasining yarmiga teng:

$$E_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = \frac{M_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}}{2} = \frac{381,37}{2} = 190,69 \text{ g}$$

250 ml 0,1 N bura eritmasini tayyorlashda 4,7671 g bura olish kerak bo'ladi.

Buraning standart eritmasini tayyorlash tartibi. Qayta kristallanib, namligi quritilgan buradan byuks yoki tigelga 4,8 g atrofida solib, avval texnik tarozida 0,10 g aniqlikda, so'ngra analitik tarozida 0,0001 g aniqlikda tortib olinadi. 250 ml hajmli o'lxov kolbasiga voronka o'rnatib, unga byuksdagi tuz solinadi va byuksda qolgan tuz qoldiqlari (yuqi) bilan yana analitik tarozida tortiladi. Kolbaning 2/3 qismigacha iliq suv solib, tuz to'la eritiladi, so'ngra uy temperaturasigacha sovitilib, yana belgisigacha suv solinadi. Hosil bo'lgan eritma astoydil aralashtiriladi.

Tortish natijalari:

Byuksning tuz bilan massasi, g.

Byuksning tuz qoldiqlari (yuqi) bilan massasi, g.

Kolbaga tushgan buraning massasi, g.

Tayyorlangan eritmaning normalligi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$N_{Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O} = \frac{a \cdot 1000}{190,69 \cdot V_k}$$

Bu yerda, a – buraning tortib olingan massasi, g.

Xlorid kislota eritmasini buraning birlamchi standart eritmasi bo'yicha standartlash.

Titrlash tartibi Toza byuretka standartlanadigan HCl eritmasidan oz-ozdan olib, uch marta chayilgandan so'ng shu eritma bilan to'ldiriladi. So'ngra toza Mor pipetkasi 2-3 marta buraning standart eritmasi bilan chayib tashlanadi. So'ngra shu pipetka yordamida bura eritmasidan alikvot qism (20 ml) olib konussimon kolbaga solinadi. Konussimon kolbadagi bura eritmasiga 2-3 tomchi metiloranj indikator eritmasidan tomiziladi. Konussimon kolbadagi eritma aralashtirib turilgan holda sariq rangdan qizg'ish rangga o'tguncha byuretkadagi HCl eritmasi bilan titrlanadi. Rangning o'zgarish sohasida titrant tomchilab, shoshilmay bajariladi (oxirgi tomchidan eritmaning rangi o'zgarib ketishi mumkin). Titrlash kamida uch marta takrorlanadi.

Titrlash natijalari ($N_{Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O}$) 10.1-jadvalga kiritiladi:

10.1-jadval

Bura eritmasini titrlash natijalari

Olingan bura eritmasining hajmi, ml	Sarflangan HCl eritmasining hajmi, ml	HCl eritmasining normalligi, N
O'rtacha qiymat, ml	O'rtacha qiymat, ml	O'rtacha qiymat, N

HCl eritmasining normalligini hisoblash quyidagi formula yordamida amalga oshiriladi:

$$N_{HCl} = \frac{N_{Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O} \cdot V_{Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O}}{V_{HCl}}$$

Natriy gidroksidning 0,1 N eritmasini tayyorlash. Tarkibida soda bo'lmagan 0,1 N natriy gidroksid eritmasini tayyorlash uchun uning oldindan tayyorlab qo'yilgan 50 % li eritmasidan foydalaniladi. Bunday eritmada soda erimaganligi uchun to'la cho'kmaga tushadi.

50% li NaOH eritmasini tayyorlash. 75 g «analiz uchun toza» NaOH 75 ml distillangan suvda eritiladi. Hosil bo'lgan eritma sig'imi 150-200 ml bo'lgan ingichka silindrga solinib, uning bo'g'zi tiqin bilan berkitiladi. 5-7 kunga qoldirilgan bunday eritmada sodaning hammasi cho'kadi va eritma tiniq bo'ladi. Natriy ishqorining taxminiy 0,1 N eritmasini tayyorlash uchun uning 50% li eritmasidan ($N_{NaOH} = 18 N$) qancha hajm olish kerakligini quyidagicha hisoblaymiz:

$$V_{NaOH, 50\%} = \frac{0,1 \cdot V_k}{C_{NaOH}} = \frac{0,1 \cdot 250}{18} = 1,39 \text{ ml.}$$

Tayyorlanadigan eritma taxminiy konsentratsiyali bo'lganligi uchun 50% li ishqor eritmasidan darajalangan pipetka yordamida 1,5 ml o'lchab, 250 ml hajmli o'lchov kolbasiga quyamiz va uni kolbaning chizig'igacha distillangan suv bilan suyultirib, astoydil aralashtiramiz. Ishqorning titrini oksalat kislota eritmasi yordamida aniqlaymiz.

Oksalat kislotaning 0,1 N birlamchi standart eritmasini tayyorlash. Oksalat kislota ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) ekvivalentining molyar massasi uning molyar massasining yarmiga (63,04 g) teng. 250 ml 0,1 N li eritma tayyorlash uchun 1,5758 g modda tortib olinadi.

Oksalat kislota eritmasini tayyorlash tartibi. Toza, quruq byuks yoki tigelda oldin texnik tarozida ~1,60 g, so'ngra analitik tarozida aniq 0,0001 g aniqlik bilan oksalat kislota tortib olinadi. 250 ml li o'lchov kolbasiga toza voronka qo'yib, unga byuksdagi modda solinadi. Byuks oksalat kislota yuqi bilan yana analitik tarozida tortiladi. Kolbaning yarmigacha suv solib, oksalat kislota to'la eritiladi, so'ngra kolbaning belgisigacha suv solinib, astoydil aralashtiriladi.

Tortish natijalari:

Byuksning oksalat bilan massasi, g.

Byuksning oksalat kislota yuqi bilan massasi, g.

Kolbaga solingan oksalat kislota massasi (a), g.

Oksalat kislotaning normalligi quyidagi tenglama yordamida hisoblanadi:

$$N_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} = \frac{a \cdot 1000}{\Sigma_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} \cdot V_k}$$

Taxminiy 0,1 N NaOH eritmasini oksalat kislotaning birlamchi standart eritmasi bo'yicha standartlash. Byuretkada tayyorlangan oksalat kislotasi bilan 2-3 martadan chayib tashlanadi. So'ngra shu pipetka yordamida konussimon kolbaga oksalat kislotasi eritmasidan alikvot qism (20-25 ml) solinib, uning ustiga fenolftalein eritmasidan 2-3 tomchi tomiziladi. Konussimon kolbadagi oksalat kislotaning standart eritmasi byuretkadagi NaOH eritmasi bilan kolbani uzluksiz aralashtirib turgan holda, 30 sek mobaynida yo'qolmaydigan och qizg'ish rang hosil bo'lguncha titrlanadi. Qayta titrlashlarda qo'shilayotgan NaOH eritmasi indikator rangi o'zgarishiga 0,5 ml chamasi qolganda asta-sekin tomchilatib qo'shiladi. Titrlash kamida uch marta takrorlanadi.

NaOH eritmasining normalligi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$N_{NaOH} = \frac{N_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} \cdot V_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O}}{V_{NaOH}}$$

Titrlash natijalari ($N_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O}$) yuqoridagiday 10.1-jadvalga kiritiladi.

10.4. Texnik preparat tarkibidagi kislotaning massa ulushini aniqlash

Kislotasi tortimi o'lchov kolbasiga solinadi va belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Hosil qilingan eritmaning alikvot qismi natriy gidroksidning standart eritmasi bilan titrlanadi. Titrlash natijalari va alikvot qism qiymatidan foydalanib, analiz qilinadigan namunadagi kislotaning massa ulushi aniqlanadi.

Analizni bajarish tartibi. Analitik tarozida bo'sh byuks qopqog'i bilan 0,0001 g aniqlikda tortiladi. Unga analiz qilinadigan kislotaning zaruriy miqdorini solib, eritmaning massasi avval texnik tarozida, so'ngra analitik tarozida aniq o'lchanadi. Byuksdagi namuna to'liq 250 ml hajmli o'lchov kolbasiga voronka yordamida o'tkaziladi. Kolbadagi eritmani kolbaning belgisigacha suv bilan suyultirilib, astoydil aralashtiriladi. Bu eritmadan pipetka yordamida olingan

alikkvot qism titrlash kolbasiga o'tkaziladi va NaOH ning standart eritmasi bilan fenolftaleinning pushti rangi paydo bo'lguncha titrlanadi.

Analiz qilinadigan kislota preparatining optimal tortimi quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$x_A = \frac{N_B \cdot \mathcal{O}_A \cdot f \cdot V_B}{1000} \text{ yoki } x_A = \frac{N_B \cdot \mathcal{O}_A \cdot f \cdot V_B}{10 \cdot a}$$

Bu yerda, $V_B = 25 \text{ ml}$, N_B – titrantning normalligi, $\mathcal{O}_A$ – aniqlanadigan kislota ekvivalentining molyar massasi, f – alikkvot ko'paytuvchi, x_A – aniqlanadigan moddaning massa ulushi, a – analiz uchun olingan modda tortimi. ω_A ning taxminiy qiymati analiz qilinadigan kislota areometrda o'lchangan zichligi bo'yicha aniqlanadi.

Tortish va titrlash natijalari:

Byuksning kislota bilan massasi, g. Bo'sh byuks massasi, g.

Analiz qilinadigan kislota massasi, g.

Analizni tezlashtirish maqsadida tayyor eritma berilishi mumkin (analiz qilinadigan kislota miqdorini o'qituvchi belgilaydi va uni o'zi beradi).

Analiz natijasi quyidagi formula orqali hisoblanadi va 10.2-jadvalga kiritiladi:

$$x_A = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot \mathcal{O}_A \cdot f \cdot V_{\text{NaOH}}}{10 \cdot a}$$

10.2-jadval

Tekshirilayotgan kislota miqdorini aniqlash natijalari

Analiz uchun olingan kislota alikkvoti hajmi, ml	Titrlashga sarflangan natriy ishqori hajmi, ml	Hisoblab topilgan analiz natijasi, %
O'rtacha qiymat, ml	O'rtacha qiymat, ml	O'rtacha qiymat, N

Kislotaning haqiqiy massa ulushi (x , %, o'qituvchidan olinadi) asosida mutlaq ($E = x - x_A$) va nisbiy ($D = \frac{(x - x_A)}{x} 100$) xatolar hisoblanadi.

Olingan natijalarni matematik statistika usullari bilan ishlagandan so'ng taqdim etiladi. Natijalarni matematik statistika usullari yordamida ishlashda olingan qiymatlar 10.3-jadvalga kiritiladi.

10.3-jadval

Analiz natijalarini taqdim etish

№	x_i (g)	$\bar{x}$	$x_i - \bar{x}$	$s = \sqrt{\frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$	$\frac{t_{\alpha, n-1} s}{\sqrt{n}}$	Xato, %
1.						
2.						
3.						
4.						

10.5. Texnik natriy gidroksid tarkibidagi ishqor va sodaning massa ulushini aniqlash

Texnik natriy ishqori tarkibida natriy gidroksid va natriy karbonat bo'ladi. Texnik natriy ishqori tarkibidagi natriy gidroksid va natriy karbonat miqdorlarini protolitometrik aniqlashning ikki usuli mavjud.

Birinchi usul tarkibida natriy gidroksid va soda bo'lgan eritmani 0,1 N xlorid kislotaning standart eritmasi bilan fenolftalein indikator ishtirokida titrlashga asoslangan bo'lib, unda ekvivalent nuqtada gidroksil ioni to'liq, karbonat ioni esa gidrokarbonat ionigacha titrlanadi. So'ngra titrlashni shu eritmaning o'ziga metiloranj indikator qo'shib davom ettirganda, gidrokarbonat ion karbonat kislotalargacha titrlanadi. Birinchi va ikkinchi ekvivalent nuqtalargacha sarflangan titrant hajmlaridan har ikkala tarkibiy qismning konsentratsiyalari hisoblanadi.

Birinchi ekvivalentlik nuqtasida

$$pH = \frac{1}{2}(pK_{H_2CO_3} + pK_{HCO_3^-}) = \frac{1}{2}(6,4 + 10,3) = 8,35$$

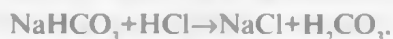
bo'lib, u ishqorning to'liq va karbonat ionning gidrokarbonatga aylanishiga to'g'ri keladi. Muhit kuchsiz ishqoriy bo'lganligi uchun oxirgi nuqtani fenolftalein (o'zgarish sohasi $\text{pH}=8-10$) bilan aniqlash qulay.

Ikkinchi ekvivalentlik nuqtasida

$$\text{pH} = \frac{1}{2} (\text{p}K_{\text{H}_2\text{CO}_3} - \lg c_{\text{H}_2\text{CO}_3})$$

bilan belgilanadi. Bunda $\text{pH} \sim 4$ bo'lgani uchun oxirgi nuqtani metiloranj (o'zgarish sohasi $\text{pH}=3,1-4,4$) yordamida aniqlash tavsiya qilinadi.

Ekvivalent nuqtalarda quyidagi reaksiyalar boradi:



Analizni bajarish tartibi. Byuks qopqog'i bilan analitik tarozida tortiladi, so'ngra unga texnik NaOH ning hisoblangan miqdori solinadi va qopqog'i darhol berkitilib yana analitik tarozida tortiladi. Byuksdagi NaOH voronka yordamida to'liq 250 ml li o'lchov kolbasiga solinadi. Eritma kolbaning belgisigacha suv bilan suyultiriladi va astoydil aralashtiriladi. Foydalaniladigan distillangan suv qaynatilib, undan CO_2 chiqarib yuborilgan va uy temperaturasigacha sovitilgan bo'lishi kerak.

Hosil qilingan eritmadan pipetka yordamida alikvot qism olib titrlash kolbasiga solinadi, unga 3-4 tomchi fenolftalein qo'shib, HCl ning standart eritmasi bilan qizil rang yo'qolguncha titrlanadi. Sarflangan HCl hajmi (V_{HCl}) yozib olinadi, rangsiz eritmaga 1-2 tomchi metiloranj indikatori qo'shib, eritma sarg'ish rangdan qizg'ish rangga o'tguncha titrlash davom ettiriladi. Sarflangan kislota hajmi ($V_{\text{HCl},\text{II}}$) yana yozib olinadi.

Natriy gidroksidning titrlash uchun zarur bo'lgan tortimi

$$x_A = \frac{N_B \cdot \mathcal{E}_A \cdot f \cdot V_B}{10 \cdot a}$$

formula yordamida hisoblanadi.

Tortish natijalari:

Byuks va NaOH namunasi massasi, g.

Bo'sh byuks massasi, g.

Namuna massasi, a, g.

Analiz natijalarini hisoblash quyidagi formulalar yordamida amalga oshiriladi:

$$x_{Na_2CO_3} = \frac{N_{HCl}(2V_{HCl,II} - V_{HCl,I}) \cdot \vartheta_{Na_2CO_3}}{1000} \cdot \frac{V_k}{V_a} \cdot \frac{100}{a}, \%$$

$$x_{NaOH} = \frac{N_{HCl}(2V_{HCl,II} - V_{HCl,I}) \cdot \vartheta_{NaOH}}{1000} \cdot \frac{V_k}{V_a} \cdot \frac{100}{a}, \%$$

Ikkinchi usulda avval ishqor va natriy karbonatning umumiy miqdori metiloranj ishtirokida titrlab aniqlanadi. Sarflangan kislotaning hajmi $V_{HCl,II}$ yozib olinadi. So'ngra tekshiriladigan eritmadan shuncha alikvot qism olinib, undagi karbonat bariy xlorid ta'siridan bariy karbonat shaklida cho'ktiriladi va fenolftalein ishtirokida titrlanib, NaOH ning miqdori aniqlanadi. Bunda sarflangan kislota hajmi $V_{HCl,I}$ bo'ladi. Titrantning sarflangan hajmlari orasidagi farq ($V_{HCl,II} - V_{HCl,I}$) natriy karbonatning titrlanishiga ketadigan hajmga teng bo'ladi.

Reaksiyalar quyidagi tenglamalar bo'yicha boradi:



Analizni bajarish tartibi. Titrlash uchun tayyorlangan eritmadan alikvot qism (20-25 ml) olinadi va titrlash kolbasiga solinadi. Eritmaga 2-3 tomchi metiloranj eritmasidan tomizib, kislotaning standart eritmasi yordamida eritma rangi qizarguncha titrlab, natriy gidroksid va natriy karbonatning umumiy miqdorini titrlashga sarflangan kislotaning hajmi ($V_{HCl,II}$) aniqlanadi. So'ngra shuncha hajm tekshiriladigan eritmaning yangi ulushiga 1 N BaCl₂ eritmasidan 15-20 ml qo'shiladi, bunda karbonat cho'kmaga tushadi. Karbonat to'la cho'ktirilgandan keyin eritmaga 3-4 tomchi fenolftalein tomizib, eritma rangsizlanguncha kislota eritmasi bilan titrlanadi ($V_{HCl,I}$).

Shuni ta'kidlash kerakki, ishqorli eritma havodan karbonat anhidridni yutishi mumkin. Bunda eritmadagi ishqor kamayib, natriy karbonat ko'payadi. Shuning uchun ham titrlash uchun olingan eritma

mumkin qadar tez titrlanishi va titrlash davomida ortiqcha chayqatilmagligi kerak.

Analiz natijalarini hisoblash uchun kislotaning titrlashga sarflangan va yozib olingan, hamda alikvot qismlarning hajmlaridan foydalaniladi. Agar aralashmani titrlashga $V_{HCl,II}$ ml, ishqorni titrlashga $V_{HCl,I}$ ml kislota sarflangan bo'lsa, Na_2CO_3 ni titrlashga $V_{HCl,III} = V_{HCl,II} - V_{HCl,I}$ ml kislota sarflanadi. Shundan foydalanib, har bir tarkibiy qismning massasi va tortimning massasi bo'yicha ularning massa ulushlari hisoblanadi.

10.6. Aralashmadagi natriy karbonat va natriy gidrokarbonatning miqdorlarini aniqlash

Natriy karbonat va natriy gidrokarbonatning miqdorlarini aniqlash uchun ikki usuldan foydalanish mumkin.

Birinchi usul tekshiriladigan aralashmani fenoltalein ishtirokida titrlab, natriy karbonatning natriy gidrokarbonatga aylanishi uchun sarflangan kislota hajmini ($V_{HCl,I}$) aniqlash va so'ngra metiloranj ishtirokida dastlabki eritmada bo'lgan va titrlashning birinchi bosqichida natriy karbonatdan hosil bo'lgan natriy gidrokarbonatni titrlashga sarflangan titrant hajmini ($V_{HCl,II}$) aniqlashga asoslangan. Titrlashning birinchi bosqichida sarflangan kislota hajmi Na_2CO_3 ning yarmisini titrlashga to'g'ri kelishini hisobga olib, $NaHCO_3$ ning titrlanishi uchun ketgan kislotaning hajmi ($V_{HCl,III} = V_{HCl,II} - 2V_{HCl,I}$) topiladi. Metiloranj yordamida aniqlangan ikkinchi oxirgi nuqta har ikkala tarkibiy qismning to'liq titrlanishiga to'g'ri keladi.

Analizni bajarish tartibi 10.2-10.3-banddagidan farq qilmaydi. Titrantning tegishli hajmlari yordamida tarkibiy qismlarning miqdorlarini hisoblash mumkin. Bunday titrlashda $V_{HCl,I} < V_{HCl,II}$ bo'lishi kerak. Agar $V_{HCl,I} = V_{HCl,II}$ bo'lsa, eritmada gidrokarbonat bo'lmaydi. $V_{HCl,I} > V_{HCl,II}$ bo'lsa, eritmada Na_2CO_3 dan tashqari $NaOH$ ham bo'lishi ma'lum bo'ladi. Agar titrlashning birinchi fenoltaleinli bosqichida titrantning hajmi nolga teng bo'lsa, bu eritmada natriy karbonatning yo'qligidan darak beradi. Aralashma metiloranjsiz titrlashda to'liq neytrallansa, bu eritmada faqat natriy ishqori borligini ko'rsatadi.

Analiz natijalarini hisoblash quyidagi formulalar yordamida amalga oshiriladi:

Ayrim namuna olish usuli:

$$x_{Na_2CO_3} = \frac{N_{HCl} \cdot 2V_{HCl, II} \cdot \vartheta_{Na_2CO_3}}{1000} \cdot \frac{100}{a} \% ;$$

$$x_{NaHCO_3} = \frac{N_{HCl} (V_{HCl, II} - 2V_{HCl, I}) \cdot \vartheta_{NaHCO_3}}{1000} \cdot \frac{100}{a} \% .$$

Pipetkalash usuli:

$$x_{Na_2CO_3} = \frac{N_{HCl} \cdot 2V_{HCl, I} \cdot \vartheta_{Na_2CO_3}}{1000} \cdot \frac{V_k}{V_a} \cdot \frac{100}{a} \% ;$$

$$x_{NaHCO_3} = \frac{N_{HCl} (V_{HCl, II} - 2V_{HCl, I}) \cdot \vartheta_{NaHCO_3}}{1000} \cdot \frac{V_k}{V_a} \cdot \frac{100}{a} \% .$$

Ikkinchi usul aralashmadagi har ikkala moddani metiloranj ishtirokida titrlab, ularning umumiy miqdoriga sarflangan titrant hajmini, keyin esa shu aralashmaga mo'l va aniq hajm natriy gidroksidning standart eritmasidan qo'shib, eritmadagi gidrokarbonatni karbonatga aylantirish, karbonatni bariy bilan cho'ktirish va ortiqcha miqdor ishqorni fenoltalein ishtirokida titrlash uchun ketgan kislota hajmini aniqlashga asoslangan. Aralashmadagi karbonat va gidrokarbonatlarni titrlashga sarflangan kislota va gidrokarbonatni karbonatga aylantirishga sarflangan ishqorning hajmlarini bila turib, aralashmadagi karbonat va gidrokarbonatlarning miqdorlarini hisoblab topish mumkin. Bu usul yordamida tarkibida kam miqdor gidrokarbonat bo'lgan aralashmalarni aniqlashda yaxshi natijalar beradi.

Aniqlash tartibi. Titrlash kolbasiga pipetka yordamida 25 ml aralashma eritmasidan o'lchab solinadi va unga 3-4 tomchi metiloranj tomizib, kislotaning standart eritmasi bilan titrlanadi. Bunda aralashmadagi har ikkala tarkibiy qismlarning titrlanishiga sarflangan kislota hajmi ($V_{HCl, I}$) aniqlanadi. Gidrokarbonatning miqdorini aniqlash uchun ham 25 ml aralashma eritmasi olinib, unga 50 ml 0,1 N li natriy ishqori, 20 ml 1 N li bariy xlorid va 3-4 tomchi fenoltalein eritmasi qo'shiladi. Aralashmadagi ishqorning ortiqcha miqdori fenoltalein rangsizlanguncha titrlanadi. Aniqroq natijalar olish uchun salt tajriba o'tkazish tavsiya qilinadi. Kislota standart

eritmasining salt tajriba eritmasi va tekshiriladigan eritmani titrlashga sarflangan hajmlari farqi gidrokarbonatning miqdoriga to'g'ri keladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Aralashmadagi Na_2CO_3 va NaHCO_3 miqdorlariga to'g'ri keladigan titrant hajmi $V_{\text{HCl I}}$ va ishqorning ortiqcha miqdorini titrlashga sarflangan kislota hajmi $V_{\text{HCl II}}$ ma'lum bo'lsa, NaHCO_3 miqdoriga to'g'ri keladigan kislota hajmi $V_{\text{HCl III}} = 50 - V_{\text{HCl II}}$ ml bo'ladi.

10.7. Ammoniy tuzlari tarkibidagi azot miqdorini aniqlash

Anorganik va organik moddalar tarkibiga kiradigan azot katta ahamiyatga ega bo'lganligi uchun uni aniqlash muhim analitik vazifadir. Azotni aniqlash uchun u ammiakka aylantiriladi. Buning uchun ammoniy tuzlari ishqor bilan qaynatiladi, nitrat va nitritlar tarkibida 45 % Al, 5 % Zn va 50 % Cu bo'lgan Devard qotishmasi bilan qaytariladi, azotli organik birikmalar konsentrlangan H_2SO_4 bilan qizdiriladi va hosil bo'lgan ammoniy gidrosulfat ishqor (Keldal usuli) bilan parchalanadi.

Ammiakni aniqlashning qator usullari bo'lib, ulardan ayrimlarini ko'rib chiqamiz.

Birinchi usul. Ammoniy tuzlari eritmasiga mo'l miqdorda formaldegid qo'shilganda, reaksiya natijasida qo'shilgan formaldegidga ekvivalent miqdorda vodorod ionlari va geterotsiklik birikma - urotropin hosil bo'ladi.



Hosil bo'lgan vodorod ionini natriy gidroksidning standart eritmasi bilan titrlab azot miqdori aniqlanadi. Urotropin kuchsiz asos xossasiga ega ($K_b = 1.4 \cdot 10^{-9}$) bo'lganligi tufayli, ekvivalent nuqtada eritmaning pH qiymati 9 ga teng bo'ladi. Shuning uchun indikator sifatida fenoltaleindan foydalanish maqsadga muvofiqdir.

Analizni bajarish tartibi. Byuksga ammoniy tuzidan 1,5-3,0 g (tuzning tabiatiga qarab) solinadi va texnik tarozida tortiladi. So'ngra byuks tuz bilan analitik tarozida aniq tortiladi. Byuksdagi tuzni quruq voronka yordamida 250 ml hajmli o'lchov kolbasiga solgandan keyin byuks tuz yuqi bilan yana analitik tarozida tortiladi. Massalar farqi olingan tuzning massasiga teng. Voronkadagi tuzni distillangan suv

bilan o'lchov kolbasiga to'liq o'tkazgandan so'ng u to'la eritiladi. Tuz eritilgach, kolbaning belgisigacha suv qo'shiladi va hosil qilingan eritma astoydil aralashtiriladi. Titrlash kolbasiga pipetka yordamida 5 ml 40 % li formaldegid eritmasi solinadi. Olingan eritmaga 3-4 tomchi fenoltalein eritmasi qo'shib, 0,1 N NaOH eritmasi bilan och qizil rang paydo bo'lmaguncha titrlanadi. So'ngra shu eritmaga pipetka yordamida ammoniy tuzi eritmasidan 25,00 ml solinib, aralashtiriladi va 3-4 daqiqadan so'ng NaOH ning standart eritmasi bilan 30 sek davomida yo'qolmaydigan och qizg'ish rang hosil bo'lguncha titrlanadi. Titrlashni 3-4 marta takrorlab, titrantning o'rtacha qiymati olinadi.

Tortish natijalari:

Byuksning tuz bilan massasi, g.

Byuksning tuz yuqi bilan massasi, g.

Kolbadagi tuzning massasi, g.

Analiz natijalarini hisoblash uchun quyidagi formuladan foydalaniladi:

$$\omega_s = \frac{N_B \cdot \mathcal{E}_A \cdot f \cdot V_B}{10 \cdot a}$$

bu yerda, N_B – natriy gidroksid eritmasining normalligi;

$\mathcal{E}_A$ – aniqlanadigan ammiak ekvivalentining molyar massasi, 17,03;

f – alikvot ko'paytuvchi;

V_B – sarflangan ishqor eritmasining hajmi, ml;

a – namunaning massasi, g.

Agar ammiakning namunadagi massa ulushi ammoniyning biror tuziga yaqin yoki bir xil bo'lsa, tekshirilayotgan tuzning formulasi to'g'risida tegishli xulosaga kelinadi. Ammiakning analiz natijasida olingan massa ulushi bilan o'qituvchidan olingan qiymatlar asosida absolyut va nisbiy xatolar topiladi.

Ikkinchi usul ammoniy tuzlari tarkibidagi azotni mo'l ishqor eritmasi yordamida ammiakka aylantirish va ishqorning reaksiyadan ortgan qismini kislota eritmasi bilan titrlashga asoslangan:



Ammoniy tuzi eritmasiga qo'shilgan ishqorning eritmani qaynatguncha va qaynatgandan keyingi miqdorlarini bilgan holda tuz tarkibidagi ammiak miqdorini aniqlash mumkin.

Analizni bajarish tartibi. Taxminiy konsentratsiyasi 0,1 N bo'lgan 250 ml ammoniy tuzi eritmasini tayyorlash uchun olinadigan tuzning massasi hisoblanadi. Hisoblangan massadagi ammoniy tuzi byuksda avval texnik tarozida, keyin analitik tarozida tortiladi. Byuksdagi tuz namunasi voronka yordamida 250 ml sig'imli o'lchov kolbasiga o'tkaziladi. Byuks qolgan ammoniy tuzi qoldiqlari bilan yana analitik tarozida tortilib, massalar farqi bo'yicha analiz uchun olingan tuzning aniq massasi topiladi. Kolbadagi va voronkadagi tuz to'liq eritilib, kolbaga tushirilgandan so'ng eritmadagi erkin kislota metil qizil indikator ishtirokida NaOH eritmasining bir necha tomchisi bilan neytrallanadi va so'ngra kolbaning belgisigacha distillangan suv bilan suyultirilib, astoydil aralashtiriladi.

Shu eritmadan 25 ml dan pipetka yordamida o'lchanib, uchta 200 ml sig'imli issiqlikka chidamli stakanga solinadi. Har bir stakanga NaOH ning standart eritmasidan 50 ml dan solib, qum hammomida stakandagi eritmaning 1/3 qismi qolguncha past olovda qizdiriladi. Bunda hosil bo'lgan ammiak to'liq uchib ketadi. Agar simob (I) nitrat eritmasi bilan ho'llangan filtr qog'oz qoraymasa, ammiak to'liq uchib ketgan bo'ladi. Eritmadagi ammiak to'liq yo'qotilgandan keyin stakanlar qum hammomida olinib, soat oynasi bilan berkitilib, sovitish uchun olib qo'yiladi. Stakandagi sovuq eritmaga 1-2 tomchi metil qizili eritmasidan tomizib, xlorid kislotaning standart eritmasi bilan titrlanadi. Bayon qilingan usul ancha sodda bo'lsa-da, uning aniqligi past.

Analiz natijasini hisoblash yuqoridagiday amalga oshiriladi.

Uchinchi usul ammoniy tuzlaridagi ammiakni haydashga asoslangan. Analizni bajarish uchun ammoniy tuzi eritmasiga ishqor eritmasidan qo'shib, aralashma qizdiriladi. Natijada ajralib chiqadigan ammiak kislota eritmasiga yuttiriladi va ortib qolgan kislota ishqorning standart eritmasi bilan titrlanib, ammiakning miqdori aniqlanadi. Titrlash natijasiga ko'ra ishqor bilan ta'sirlashgan kislota miqdori va u bo'yicha ammiak bilan ta'sirlashgan kislota miqdori aniqlanadi. Bu ammiakning miqdorini aniqlash imkonini beradi.

Analizni bajarish tartibi. Taxminan 30 ml hajmli 0,1 N HCl eritmasini neytrallashga qariyb yetadigan ammoniy tuzi tortimi o'lchab olinadi. O'lchab olingan tortim voronka yordamida hajmi

~ 1 / bo'lgan dumaloq jo'mrakli kolbaga solinadi va unga bir necha dona maydalangan farfor bo'laklari (qaynashning ravon bo'lishi uchun) tashlanadi. Jo'mrakli kolba shtativga taxminan 20 sm, gaz gorelkasi sig'adigan balandlikda joylashtiriladi. Uning bo'g'zi maxsus tomchilash voronkasi o'rnatilgan tiqin bilan berkitilib, voronkaga ishqor eritmasi solinadi. Kolbaning jo'mragi nishob nay yordamida tikka o'rnatilgan sovitgichning yuqori qismidagi uchiga zich berkitiladi. Sovitgichning pastki uchi konussimon kolbadagi xlorid kislotaning 50 ml hajmli standart eritmasiga (2-4 tomchi metiloranj yoki metil qizili tomizilgan) taxminan 1-1,5 sm botiriladi.

Tomchilash voronkasidagi 50 % li ishqor eritmasidan taxminan 50 ml jo'mrakli kolbaga solinib, voronkaning krani berkitilgandan so'ng kolbadagi aralashma qizdira boshlanadi. Gorelka alangasi aralashmaning bir tekis va sekin qaynashini ta'minlashiga e'tibor berilgan holda o'rnatilishi kerak. Qizdirish davomida idishdagi havo chiqib, havo tugagach konussimon kolbaga tushirilgan sovitgichning pastki uchi bo'ylab xlorid kislota eritmasi ko'tarila boshlaydi (bunga e'tibor bermaslik kerak). Konussimon kolbadagi kislota eritmasi ammiakni haydashdan keyin ham qizilligicha qolishi kerak. Agar eritma sarg'aya boshlasa, unga yana biroz o'lchangan kislota eritmasi solinishi kerak. Odatda jo'mrakli kolbadagi eritmaning 2/3 qismi konussimon kolbaga o'tmagunicha haydash davom ettiriladi. Haydash tugagandan so'ng sovitgichning uchi konussimon kolbadan chiqarib olinadi va u distillangan suv bilan astoydil yuvilib, yuvindi suv shu kolbaga oqiziladi. Shundan keyin eritma natriy ishqorining standart eritmasi bilan to'q sariq rang paydo bo'lguncha titrlanadi.

Analiz natijalarini hisoblash. Ammiakning massa ulushi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$x = \frac{N_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} \mathcal{E}_{\text{NH}_3}}{1000} \cdot \frac{100}{a} \%$$

10.8. Oksredmetriya

Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari asosidagi oksredmetrik titrlash usullari titrlash uchun ishlatiladigan ishchi eritmalarning turlariga ko'ra permanganatometriya, dixromatometriya, yodometriya, bromatometriya va boshqa usullarga bo'linadi.

10.9. Permanganatometriya

Permanganatometriya usulida kislotali, neytral yoki ishqoriy muhitlarda kaliy permanganatning 0,02, 0,05 va ayrim hollarda 0,1 N eritmaları yordamida qaytaruvchilarni bevosita va oksidlovchilarni qaytarilgan shaklga o'tkazib aniqlash mumkin.

$\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}$ juftining standart oksidlanish-qaytarilish potentsiali (+1,52 V) $\text{MnO}_4^-/\text{MnO}_2$ juftining standart oksidlanish-qaytarilish potentsiali (0,59 V) ga qaraganda ancha kattadir, ya'ni KMnO_4 ning kislotali muhitdagi oksidlash xususiyati ishqoriy muhitdagiga qaraganda ancha kattadir. Shuning uchun ham titrimetrik analizda ko'pincha permanganatometrik titrlash kislotali muhitda



tenglama bo'yicha o'tkaziladi. Permanganatni titrant sifatida qo'llaganda indikator talab etilmaydi. Titrlash davomida permanganatning rangi yo'qolib, oxirgi nuqtada pushti rang paydo bo'ladi.

Reaksiyaning oksidlanish-qaytarilish potentsiali

$$E_{\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}} = E_{\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}}^0 + \frac{0,059}{5} \lg \frac{[\text{MnO}_4^-][\text{H}^+]^8}{[\text{Mn}^{2+}]}$$

formula bilan ifodalanadi. Bunda KMnO_4 ekvivalentining molyar massasi

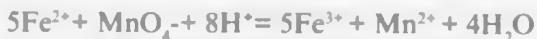
$$\mathcal{E}_{\text{KMnO}_4} = \frac{M_{\text{KMnO}_4}}{5} = \frac{158,04}{5} = 31,608$$

bo'ladi.

10.10. Titrlash uchun eritmalar tayyorlash

Kaliy permanganat dastlabki moddalarga qo'yiladigan talablarga javob bermaganligi uchun uning aniq tortimini olib eritma tayyorlab bo'lmaydi. Shu bois uning taxminiy konsentratsiyali eritmasi tayyorlanib, tayyorlangan eritmaning titri o'rnatiladi. 250 ml 0,05 N eritma tayyorlash uchun kaliy permanganat tuzidan taxminan 0,8 g modda massasi ma'lum bo'lgan byuksda tortib olinadi. Olingan

Eritma ustiga himoyalovchi aralashma (Simmerman-Reyngardt aralashmasi MnSO_4 , H_2SO_4 va H_3PO_4) qo'shib, u byuretkadagi KMnO_4 eritmasi bilan titrlanadi. Bunda reaksiya quyidagi yo'nalishda boradi:



Analizni bajarish tartibi. Qotishma yoki rudaning tortimini olishda uning tarkibidagi temirning miqdori 0,2-0,6 g bo'lishi hisobga olinadi. Tortim qizdirilgan holda sulfat yoki xlorid kislota eritiladi. Hosil bo'lgan eritma 250 ml hajmli o'lchov kolbasiga to'la o'tkaziladi, kolbaning belgisigacha suv qo'shib, eritma astoydil aralashtiriladi. Hajmi 0,5 l bo'lgan titrlash kolbasiga alikvot qism olib, unga 5 ml konsentrlangan HCl qo'shiladi va eritma deyarli qaynaguncha isitiladi. Issiq eritmani to'xtovsiz aralashtirib turgan holda rangsizlanguniga qadar SnCl_2 eritmasidan tomiziladi. Eritma rangsizlangandan so'ng unga yana bir tomchi SnCl_2 qo'shib (ortiqcha miqdorda qaytaruvchi qo'shmang), rangsiz eritmani vodoprovod jo'mragi ostida tez soviting va hajmi taxminan 100 ml bo'lgunga qadar distillangan suv, 15 ml HgCl_2 qo'shib, aralashtiriladi. Agar aralashma to'g'ri tayyorlangan bo'lsa, u holda ozgina oq cho'kma (Hg_2Cl_2) hosil bo'lishi kerak. Agar cho'kma hosil bo'lmasa yoki qoramtir bo'lsa, analiz qayta bajarilishi kerak. Eritmadan cho'kmani ajratmay ustiga taxminan 200 ml suv va 8-10 ml himoyalovchi eritma qo'shib, byuretkadagi KMnO_4 bilan pushti rang hosil bo'lgunga qadar titrlanadi. Rang 10-15 sek davomida yo'qolmasligi kerak. Titrlash kamida uch marta takrorlanadi. Titrlash natijalari jadval ko'rinishida yoziladi.

Analiz natijalarini hisoblash quyidagi formula yordamida bajariladi:

$$x = \frac{N_{\text{KMnO}_4} V_{\text{KMnO}_4} \mathcal{E}_{\text{Fe}}}{1000} \cdot \frac{100}{a} \%$$

10.12. Oksalatlarni aniqlash

Oksalatlar yoki oksalat kislotalarini aniqlash uni kislotali muhitda kaliy permanganatning standart eritmasi bilan titrlashga asoslangan. Oksalatlarni aniqlash uchun texnikaviy oksalat kislota, uning tuzlari va kalsiy oksalat qo'llaniladi.

Analizni bajarish tartibi. Oksalat tuzi yoki oksalat kislotaning hisoblangan massasi byuksda o'lchab olinadi. Analiz uchun olingan oksalat massasi byuksning namuna bilan massasidan modda yuqi qolgan massasini ayirish orqali topiladi. O'lchab olingan tortim o'lchov kolbasiga o'tkazilib, eritiladi va eritmaning hajmi kolbaning belgisiga yetkaziladi. Tayyorlangan eritma astoydil aralashtirilgandan keyin analiz uchun ishlatilishi mumkin. Tekshiriladigan eritmaning alikvot qismlari kaliy permanganatning standart eritmasi bilan kislotali muhitda titrlanadi.

Analiz natijasini hisoblash yuqoridagiday amalga oshiriladi.

10.13. Nitritlarni aniqlash

Nitritlar yoki nitrit kislotani aniqlash ularni kislotali muhitda kaliy permanganatning standart eritmasi bilan quyidagi tenglama asosida titrlashga asoslangan:



Nitritlarning havo kislorodi bilan tezda oksidlanishini hisobga olib, odatda ularni aniqlash quyidagi ikki usuldan biri yordamida amalga oshiriladi.

Birinchi usul. Kaliy permanganatning kislotali eritmasini tekshiriladigan nitrit eritmasi bilan eritmaning rangsizlanishigacha titrlashga asoslangan. Nitritlarning permanganat bilan ta'sirlashuvining sekinligi va nitrit kislotaning qisman parchalanishi tufayli bu usul (*Lunge usuli*) unchalik aniq emas. Titrlashning tugashiga yaqin qolganda rangning o'zgarishi ham ancha sekin bo'ladi. Shu sabablarga ko'ra bu usul kam qo'llaniladi.

Analizni bajarish tartibi. Hajmi 0,5 l bo'lgan titrlash kolbasiga pipetka yordamida kaliy permanganatning standart eritmasidan 25 ml olinib, unga 25 ml suyultirilgan sulfat kislota eritmasidan va 250 ml distillangan suv qo'shiladi. Aralashmani 40-50 °C gacha qizdirib, darhol byuretkadagi nitrit eritmasi bilan sekin titrlashga kirishiladi. Titrlash eritmaning rangi och pushti tusga kirguncha davom ettiriladi. Bunda xato kamida 0,5-1 % ni tashkil etadi.

Ikkinchi usul. Nitrit eritmasiga mo'l kaliy permanganat qo'shib, uning ta'sirlashmay qolgan qismi teskari titrlanadi.

Analizni bajarish tartibi. Hajmi 250 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga aniq hisoblangan nitrit tortimi yoki uning eritmasidan muayyan alikvot qismi pipetka yordamida olinib, distillangan suvda eritiladi

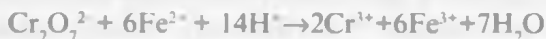
va kolbaning belgisigacha suyultiriladi. So'ngra kaliy permanganatning standart eritmasidan 50 ml hajmi konussimon kolba yoki zich yopiladigan sklyankaga o'tkaziladi. Bu eritmaga suyultirilgan sulfat kislota eritmasidan 5 ml va 25 ml nitrit eritmasi solinib, 10-15 *daqqa* saqlanadi. Permanganat rangidagi eritmaga ammoniy oksalatning aniq konsentratsiyali eritmasidan tegishli mo'l hajmi qo'shib, aralashma 70-80 °C gacha qizdiriladi. Ortiqcha ammoniy oksalat eritmasi ta'siridan rangsizlangan eritma kaliy permanganatning standart eritmasi bilan titrlanadi. Titrlashda oksalat va permanganat nisbatlarini aniqlash uchun salt tajriba o'tkaziladi.

Analiz natijasini hisoblash quyidagi formula yordamida amalga oshiriladi:

$$x_{N_2O_2} = \frac{N_{KMnO_4} V_{KMnO_4} - c_{N_2H_5C_2O_4} V_A}{1000}$$

10.14. Dixromatlarni aniqlash

Dixromatni permanganatometrik aniqlash uni xrom (III) ionigacha Mor tuzi $[(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O]$ eritmasi bilan qaytarishga asoslangan:



Analizni bajarish tartibi. 0,1-0,2 N Mor tuzi eritmasini tayyorlash uchun kerak bo'lgan dixromat miqdori tortib olinadi. Masalan, 0,2 N l / eritma tayyorlash uchun taxminan 40 g modda tortib olinib, u tarkibida 50-60 ml 2 N sulfat kislota bo'lgan suvda eritilib, eritmaning hajmi kolbaning belgisigacha yetkaziladi. Tayyorlangan eritmaning titri va normalligi kaliy permanganatning standart eritmasi yordamida o'rnatiladi. Mor tuzi tarkibidagi temir (II) oson oksidlangani uchun uni aniqlash bajariladigan kunning o'zida tayyorlash va ishlatish kerak. Mor tuzi eritmasining konsentratsiyasi, odatda, kaliy permanganat eritmasi konsentratsiyasidan taxminan ikki marta katta bo'lishi kerak.

Kaliy dixromatning 250 ml 0,05 N eritmasini tayyorlash uchun zarur bo'lgan tortim massasi hisoblab olinadi va eritma tayyorlanadi. Kaliy dixromat eritmasining konsentratsiyasi katta bo'lsa, oxirgi nuqtani topish qiyinlashadi. Tayyorlangan eritmadan sig'imi 150-200 ml bo'lgan titrlash kolbasiga 25 ml olib, unga 20-25 ml suyultirilgan (15-20 %) sulfat kislota eritmasi va 25 ml Mor tuzi

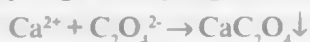
eritmasi solinadi. Aralashmaga Mor tuzi eritmasini qo'shgandan so'ng eritmaning to'q sariq rangi zumrad-yashil tusga kiradi. Mor tuzi eritmasining reaksiyaga kirishmay qolgan qismini kaliy permanganatning standart eritmasi bilan titrlab, dixromatning miqdori aniqlanadi. Titrlash eritmaning rangi qizg'ish-binafsha yoki ko'k-binafsha tusga kimguncha davom ettiriladi. Rangning turli xil bo'lishi eritmadagi xromning miqdoriga bog'liq. Xrom ko'p bo'lganda uning yashil rangi permanganatning pushti rangini to'sadi.

Analiz natijalarini hisoblash uchun quyidagi formuladan foydalaniladi:

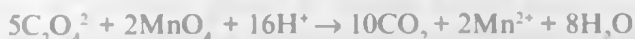
$$x_{Cr_2O_7^{2-}} = \frac{N_{KMnO_4} \cdot V_{KMnO_4} - c_{N.Mor} \cdot V_A}{1000} \cdot \frac{V_t}{V_{Cr_2O_7^{2-}}} \cdot 100$$

10.15. Kalsiyni aniqlash

Kalsiy va boshqa oksalat ion bilan cho'kadigan kationlarni aniqlash ularning quyidagi reaksiyasiga asoslangan:



Kalsiy yoki boshqa unga o'xshash oksalat ion bilan cho'kadigan kationlarni aniqlash uchun kation bilan bog'langan yoki ta'sirlashmagan oksalat permanganat bilan titrlanadi:



Kation bilan bog'lanmagan oksalatni titrlash orqali aniqlash qulay bo'lib, unda reaksiyaga kirmay qolgan ortiqcha oksalatning miqdori bo'yicha u bilan ta'sirlashgan kationning miqdori aniqlanadi.

Kalsiy oksalatni cho'ktirish neytral, ammiakli yoki kislotali eritmalarda amalga oshirilishi mumkin. Neytral va ammiakli muhitlarda kalsiy oksalatni cho'ktirish vaqtida eritmadagi begona moddalar ham birgalashib cho'kishi mumkin. Kislotali muhitda cho'ktirganda esa ancha toza cho'kma hosil bo'ladi. Biroq kislotali muhitda cho'ktirishda eritmaning kislotaligiga bog'liq ravishda kalsiy oksalat cho'kmasi hosil bo'lmazligi ham mumkin. Eritmaning to'yinish darajasi yuqori bo'lmaganligi uchun yirik o'lchamli kristallar hosil bo'ladi. Kislotaligi yuqori bo'lmagan eritmadan cho'ktirishganda cho'ktirish tugagach, eritmani sekin qo'shilayotgan ammiak eritmasi bilan neytrallash kerak bo'ladi. Bunda eritmaning sekin neytrallana

borishi bilan birgalikda tushayotgan cho'kma eritmadagi barcha kalsiyni to'la cho'ktiradi. Hosil bo'layotgan yirik kristallarni filtrlash, ajratish va yuvish oson bo'ladi. Shuning uchun ham cho'ktirish ko'pincha pH qiymati 3.5-4.5 bo'lgan xlorid kislotali muhitda amalga oshirilishi va so'ngra eritma ammiak bilan neytrallanishi kerak.

Analizni bajarish tartibi. Kalsiy oksalat cho'kmasidagi oksalatni aniqlash uchun hosil qilingan CaCO_3 namunasidan 25 ml 0,1 N li eritma hosil bo'ladigan massasi $(\mathfrak{Z}_{\text{CaCO}_3} \cdot 25)/(1000 \cdot 10)$ tortib olinadi.

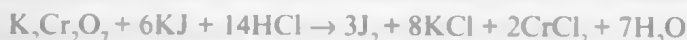
Tortib olingan namuna tortimi kimyoviy stakanga solinib, xlorid kislotaning 2 N eritmasida eritiladi. Namunani eritish vaqtida eritma sachrashli mumkin. Buning natijasida moddani yo'qotish xavfi tug'iladi. Moddani yo'qotishning oldini olish uchun stakan soat oynasi bilan berkitiladi. Moddaning eritilish jarayonida eritma stakan devorlariga va soat oynasiga sachraganini hisobga olib, eritish tugagach ular distillangan suv bilan yuviladi. Yuvish tugashi bilan eritmaga 0,1 N oksalat kislota eritmasidan 50 ml qo'shiladi va aralashma 70-80 °C temperaturagacha qizdiriladi. So'ngra eritmani uzluksiz aralashtirib turgan holda ehtiyotkorlik bilan ammiak hidi kelguncha ammiakning suyultirilgan (1:1) eritmasi sekin tomchilab qo'shiladi. Eritmadagi kislotaning neytrallanishi davomida kalsiy oksalat cho'kadi. To'la cho'kishni ta'minlash va hosil bo'lgan cho'kmani yetiltirish uchun 30-40 daqiqaga qoldiriladi. Cho'kma yetiltirilgach, u ko'k tasmali qalin filtr orqali tezda filtrlab olinadi va undagi xloridlar va ammoniy oksalatning qoldiqlari kam hajmli sovuq distillangan suv bilan yuvib tushiriladi. Yuvindi suvning umumiy hajmi 100 ml dan oshmasligi kerak. Cho'kmani yuvish tugatilgach, cho'ktirish stakaniga issiq suv bilan yuvib tushirgandan so'ng unga suyultirilgan (1:4) sulfat kislota eritmasidan 10 ml qo'shiladi va filtr suyultirilgan kislota eritmasi bilan yuvilgandan keyin 80 °C gacha qizdiriladi. Issiq eritma kaliy permanganatning standart eritmasi bilan titrlanadi. Analiz natijasini hisoblash yuqoridagiday amalga oshiriladi.

10.16. Yodometriya

Titrimetrik analizning yodometrik usuli erkin yodning yodid ioniga va aksincha, yodid ionining erkin yodga aylanishi bilan bog'liq bo'lgan quyidagi oksidlanish-qaytarilish jarayoniga asoslangan:



Yodometriya usuli yordamida oksidlovchilarni ham, qaytaruvchilarni ham aniqlash mumkin. Bunda oksidlovchilar yodid ionni yodgacha oksidlaydi, qaytaruvchilar yodni yodid iongacha qaytaradi. Oksidlovchi kislotali muhitda ortiqcha kaliy yodid bilan reaksiyaga kirishadi. Masalan,



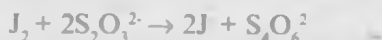
Bu reaksiyada aniqlanadigan oksidlovchi ekvivalentining mollar soni ajralib chiqqan yod ekvivalentining mollar soniga teng bo'ladi. Ajralib chiqqan yod natriy tiosulfatning standart eritmasi bilan titrlanadi. Natriy tiosulfatning titrini aniqlashda kaliy dixromat birlamchi standart modda bo'lib xizmat qiladi.

10.17. Titrlash uchun eritmalar tayyorlash

Natriy tiosulfatning ishchi eritmasini tayyorlash. Natriy tiosulfatning erkin yod bilan reaksiyasida $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ekvivalentining molyar massasi

$$M_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = \frac{2M_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}}{2} = \frac{2 \cdot 248,18}{2} = 248,18$$

ga teng.



Demak, 500 ml/0,05 N li eritma tayyorlash uchun 6,2045 g tuz kerak bo'ladi. Odatda laboratoriyada natriy tiosulfatning 5 yoki 10 % li eritmasi tayyor holda bo'ladi. Masalan, 5% li eritmadan taxminan necha ml olish kerakligi quyidagicha hisoblanadi:

$$V = \frac{100 \cdot 6,2045}{5} = 124,09 \text{ ml.}$$

0,05 N eritmani tayyorlash tartibi. 500 ml hajmli o'lchov kolbasiga 124 ml 5 % li natriy tiosulfat eritmasidan olib, eritmaning hajmi distillangan suv bilan kolbaning belgisiga yetkaziladi va eritma astoydil aralashtiriladi.

Kaliy dixromatning standart eritmasini tayyorlash. Kaliy dixromat kaliy yodid bilan reaksiyaga kirishganda 6 ta elektron biriktirib oladi:



u holda $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ekvivalentining molyar massasi

$$\mathcal{M}_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = \frac{M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{6} = \frac{294,192}{6} = 49,032$$

Demak, 250 ml eritma tayyorlash uchun

$$m_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = 0,05 \cdot 0,25 \cdot 49,032 = 0,6129 \text{ g modda tortib olish kerak}$$

bo'ladi.

Analitik tarozida kaliy dixromatdan taxminan 0,6 g atrofida gi modda aniq tortib olinadi va u to'liq 250 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinadi. Bo'sh idish va modda yuqi qolgan idish massalari farqi asosida kaliy dixromatning aniq massasi topiladi. O'lchov kolbasiga o'tkazilgan modda eritilib, kolbaning belgisigacha suv qo'shilgandan keyin hosil qilingan eritma yaxshilab aralashtiriladi. Tayyorlangan eritmaning normalligi:

$$N = \frac{m_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{250 - 49,032} \cdot 1000$$

formula yordamida hisoblanadi.

Natriy tiosulfat eritmasini kaliy dixromatning birlamchi standart eritmasi bo'yicha standartlash. Titrlash kolbasiga kaliy dixromatning standart eritmasidan pipetka yordamida alikvot qism (20 ml) olib, unga menzurka yordamida 15 ml 2 N li sulfat yoki xlorid kislota eritmasi va 10-15 ml 10 % li kaliy yodid eritmasi qo'shiladi. Kolbani soat oynasi bilan berkitib, qorong'i joyda quyidagi reaksiya



oxiriga yetishi uchun 5 daqiqa saqlanadi. So'ngra kolbaga taxminan 200 ml suv solib, ajralib chiqqan yod standartlanadigan natriy tiosulfat eritmasi bilan to'q qo'ng'ir rangli eritma och sariq rangga kurguncha titrlanadi. Shundan so'ng bu eritmaga 3-5 ml kraxmal bo'tqasi eritmasi qo'shib, eritmaning havo rangi och yashil rangga kurguncha titrlash davom ettiriladi.

Titrlash 3-4 marta takrorlanadi. Bunda titrlashga sarf bo'lgan tiosulfat hajmining farqi 0,1 ml dan oshmasligi kerak.

Titrlash natijalari yuqoridagi tartibda laboratoriya jurnalida qayd qilinadi. Natriy tiosulfatning normalligi yuqoridagi tartibda hisoblanadi.

10.18. Mis (II) ionini aniqlash

Misni aniqlash yodid ionining mis (II) ion bilan oksidlanish reaksiyasiga asoslangan:



Ajralib chiqqan yod natriy tiosulfatning standart eritmasi bilan titrlanadi. Yodning miqdori misning miqdoriga ekvivalent bo'lganligi tufayli, sarflangan natriy tiosulfatning miqdori asosida eritmadagi misning miqdorini aniqlash mumkin.

Analizni bajarish tartibi. Analiz qilinadigan tarkibida mis (II) bo'lgan namunadan analitik tarozida ma'lum miqdori tortib olinadi va nitrat kislotada eritiladi. Eritmadagi kislotaning ortiqcha miqdorini bug'latib yo'qotgandan so'ng eritma suv bilan suyultiriladi. Eritmani qaynatib, undagi azot oksidlari uchirib yuboriladi. So'ngra eritma o'lchov kolbasiga to'liq o'tkazilib, kolbaning belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Hosil qilingan eritmani astoydil aralashtirgandan keyin eritma tayyor hisoblanadi. Titrlash kolbasiga pipetka yordamida alikvot qism olinadi, ustiga 3 ml 2 N li sulfat kislotasi va 20 ml 10 % li KJ eritmasidan qo'shiladi, so'ngra mis (I) yodid cho'kmasi bo'lgan qo'ng'ir rangli eritma natriy tiosulfatning standart eritmasi bilan och sarg'ish rangga kirguncha titrlanadi. So'ngra unga 5 ml kraxmal eritmasidan qo'shib, eritma havorangdan och pushti rangga kirguncha titrlash davom ettiriladi. Agar analiz qilinayotgan eritmada temir (III) ion bo'lsa, KJ qo'shishdan oldin 3 g ammoniy ftorid qo'shib uni $[\text{FeF}_6]^{3-}$ kompleksiga bog'lash zarur.

Analiz qilinadigan namunaning zaruriy tortimini hisoblash uchun quyidagi formuladan foydalaniladi:

$$m_{\text{Cu}} = \frac{N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \Xi_{\text{Cu}} f}{10a}$$

Formulaga misning namunadagi miqdoriga yaqin qiymatni hamda N , Ξ va $V_{\text{Cu}}=25$ ml ni qo'yib namunaning tortimi hisoblanadi.

Titrlash natijalari yuqoridagi tartibda laboratoriya jurnalida qayd qilinadi. Analiz natijalari yuqoridagicha hisoblanadi.

10.19. Qo'rg'oshinni aniqlash

Qo'rg'oshinni aniqlash sirka kislotali muhitda PbO_2 bilan kaliy yodid ta'siridan ekvivalent miqdorda ajralib chiqadigan yodni natriy tiosulfatning standart eritmasi yordamida titrlashga asoslangan:



Reaksiyani miqdoriy to'liq va oxirigacha o'tkazish uchun natriy atsetat eritmasi qo'shiladi. Bu qo'rg'oshin yodidning kam eriydigan cho'kmasi hosil bo'lishining oldini oladi.

Analizni bajarish tartibi. Tarkibida qo'rg'oshin bo'lgan tekshiriladigan namuna agat hovonchada astoydil maydalanadi. 250 ml sig'imli o'lchov kolbasiga 5 g atrofida yod tortimi, 15 g natriy atsetat, 1-2 ml suv va 5 ml suyultirilgan (1:1) sirka kislotaga eritmalari solinadi. Agar eritmadagi qo'rg'oshin aniqlanayotgan bo'lsa, o'lchov kolbasiga tegishli miqdordagi tarkibiy qismlar kiritiladi. So'ngra shu eritmaga yaxshilab maydalangan qo'rg'oshinli namuna tortimi (tegishli miqdor eritma) qo'shib, aralashma astoydil aralashtiriladi. Agar shundan so'ng to'q sariq rangli qo'rg'oshin yodid cho'kmaga tushsa, eritmaga yana muayyan miqdorda natriy atsetat qo'shiladi. Cho'kmasiz eritmaning alikvot qismi (20 ml) konussimon kolbaga o'tkaziladi va ajralib chiqqan yod tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi.

Qo'rg'oshinni aniqlashda yaxshi natijalar olish uchun hosil qilingan eritmaning hammasini (ayrim namunalar usuli) titrlash tavsiya qilinadi.

Analiz natijalarini hisoblash yuqoridagilarday amalga oshiriladi.

10.20. Sulfitni aniqlash

Sulfitni aniqlash teskari titrlash usuliga misol bo'lib, mo'l miqdor yodning titrlangan eritmasi yordamida sulfit sulfatgacha oksidlanadi. Ortib qolgan yod natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi:



Titrlashga sarflangan yodning miqdoriga asosanib, sulfit ionining miqdori hisoblanadi. Sulfitning oksidlanishi natijasida sulfat bilan bir qatorda ditionat ioni ham hosil bo'lishi mumkin:



Ditionat hosil bo'lishining oldini olish uchun odatda yodning xlorid kislotali eritmasiga sulfid kiritilib, yodning ortiqchasi titrlanadi.

Analizni bajarish tartibi. Sulfiting hisoblangan tortimi yoki tegishli hajmli eritmasi o'lchov kolbasiga kiritilib, kolbaning belgisigacha suv solib, suyultiriladi. So'ngra konussimon kolbaga pipetka yordamida 50 ml 0,1 N li yod eritmasidan solinadi va eritma 2 N HCl eritmasi yordamida kislotali muhitga keltiriladi. Shundan keyin unga 25 ml sulfid eritmasi kiritiladi. Yodning ta'sirlashmay qolgan qismi kraxmal ishtirokida tiosulfatning 0,1 N li standart eritmasi yordamida titrlanadi.

Titrlash natijalari yuqoridagi tartibda laboratoriya jurnalida qayd qilinadi. Analiz natijalari quyidagicha grammlarda

$$m_A = \frac{N_B V_B - c_{NA} V_A}{1000} \mathfrak{Z}_A \quad \text{yoki} \quad m_A = T_A V_A = \frac{N_V V_V - c_{NA} V_V}{1000} \mathfrak{Z}_A \frac{V_A}{V_A}$$

va foizlarda

$$x_A = \frac{N_A V_A - c_{NA} V_A}{1000} \mathfrak{Z}_A \frac{V_A}{V_A a} 100$$

yoki

$$x_A = T_A V_A = \frac{N_V V_V - c_{NA} V_V}{1000 V_A} \mathfrak{Z}_A \frac{V_A}{a} 100$$

formulalar yordamida hisoblanadi.

10.21. Dixromatometriya

Dixromatometriya usuli dastlab titrimetrik usul sifatida 1850-yilda F.Penni (F.Penny) tomonidan tavsiya qilingan bo'lib, kaliy dixromatning qaytaruvchilik xossalarini namoyon qiluvchi moddalarni oksidlab, dixromat ionning qaytarilishiga asoslangan:



Dixromatometriyada ishchi eritmasi sifatida $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ning 0,05 va 0,1 N li eritmaları ishlatiladi. Bu modda ekvivalentining molyar

massasi $\mathfrak{Z} = \frac{M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{6}$ ifoda yordamida aniqlanadi. Kaliy

dixromatning oksidlovchiligi kaliy per-manganatnikidan biroz kamroq bo'lib, u bu moddalarning normal oksidlanish-qaytarilish potentsiallari qiymatlari orqali izohlanishi mumkin:

$$E_{\text{oxK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{Cr}^{3+}, 14\text{H}^+} = 1,36 \text{ V va } E_{\text{oxKMnO}_4/\text{Mn}^{2+}, 8\text{H}^+} = 1,51 \text{ V.}$$

Bu holning muhimlik jihati ham bor, u ham bo'lsa shundan iboratki, kaliy permanganat bilan xlorid kislo-ta ishtirokida qaytaruvchilarni aniqlash mumkin bo'lmagani holda, kaliy di-xromat bilan bimalol aniqlash mumkin. Bunda kaliy dixromat Cl^- ionini oksidlashga sarflanmaydi. Kaliy dixromatning yana bir afzalligi shundaki, uni qayta kristallash natijasida kimyoviy formulasiga mos modda olish mumkin, kaliy permanganatni esa bunday tozalab bo'lmaydi. Bu eritma tayyorlashni osonlashtiradi. Bundan tashqari kaliy dixromatning eritmalari ham barqaror, uning eritmasi yopiq idishda saqlansa, o'z titrini o'zgartirmaydi. Kaliy di-xromatning qaytarilishi natijasida yashil rangli Cr^{3+} ion hosil bo'lgani uchun u oxirgi nuqtani topishga biroz salbiy ta'sir ko'rsatadi. Oxirgi nuqtani topishda ishlatiladigan difenilamin faqat konsentrlangan sulfat kislotada eriydi. Difenilaminni difenilaminsulfon kislotaning natriyli tuzi yoki fenilan-tranil kislotaga bilan almashtirish mumkin. Biroq difenilaminsulfon kislo-taning natriyli tuzi suvda ancha yaxshi eriydi. U oxirgi nuqtada rangsizdan yashil orqali qizil-binafsha rangga o'tadi.

10.22. Kaliy dixromatning ishchi eritmasini tayyorlash

Kaliy dixromatning ishchi eritmasini tayyorlashdan avval uning quruq preparati ikki marta qayta kristallanadi. Qayta kristallangan modda quritish shkafida 130°C da quritiladi va u tiqini zich yopiladigan idishda saqlanadi. Shunday tozalanib, quritilgan bu modda dastlabki moddalarga qo'yiladigan ta-lablarga to'liq javob beradi. Qupitilgan modda gigroskopik bo'lmasdan, undan bevosita hisoblangan miqdordagi tortimini o'lchab olib, tegishli hajmli o'lchov kolbasida eritib, ishchi eritma tayyorlanadi.

0,05 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ eritmasini tayyorlash 10.20-bandda keltirilgan.

10.23. Temir (II) va temir (III) ionlarini aniqlash

Temirni aniqlash uning qaysi obyektida va qanday ko'rinishda ekanligiga bog'liq. Temir tabiatda eng ko'p tarqalgan element bo'lib, uni aniqlash uchun ayrim hollarda ajratish talab etiladi. Temirni ajratish usullaridan biri uni temir gidroksidi shaklida cho'ktirishdan iborat. Temirni titrimetrik aniqlash usullarida uning oksidlanish darajasi bir qiymatdan boshqasiga o'zgartiriladi. Temir (III) ionni aniqlashda ko'pincha u temir (II) iongacha qaytariladi. Temir (III) ionni qaytarishda turli qaytaruvchilar ishlatiladi. Tabiiy obyektlarda temir bilan birga ko'pincha titan uchraydi. Titan bo'lmagan hollarda temir (III) ionni qaytarish uchun ruxli, kadmiyli yoki boshqa reduktorlardan foydalaniladi. Reduktor sifatida konussimon kolba tiqiniga o'rnatilgan jo'mrakli naydan foydalanish mumkin. Nayning pastki jo'mrakli uchi toraygan bo'lib, unga biroz shisha momig'i joylashtiriladi. Nayning ichi qaytaruvchi metall parchalari bilan to'ldirilgan bo'ladi. Odatda nayning 10-12 sm ni metall parchalari bilan to'ldirish yetarlidir. Qaytariladigan temir bo'lgan eritma naydagi metall parchalari orqali sekin o'tkazilganda metallning bir parchasidan ikkinchisiga tomon temir qaytarilib o'tadi. Naydagi metall qatlamining barchasidan o'tganda temir amalda 100 % qaytarilgan bo'ladi va qaytarilgan temir bo'lgan eritma konussimon kolbada yig'iladi. Konussimon kolbaga o'tgan temir bo'lgan eritmadan bir necha tomchisini olib, temir (III) ionga xos reaksiya qilib ko'riladi. Agar reaksiya ijobiy natija bersa, eritma reduktordan qayta o'tkaziladi. Reaksiya salbiy bo'lsa, undan temir aniqlanadi. Buning uchun naydagi temir qatlami suyultirilgan kislota eritmasi bilan yuviladi. Konussimon kolbaga o'tgan barcha eritma-kaliy dixromatning standart eritmasi bilan titrlanib, undan temir (II) ionni aniqlanadi.

Agar tekshiriladigan obyekt tarkibida titan bo'lsa, temir (III) ionni qaytarish uchun normal potentsiali +0,771 V dan kichik va +0,37 V dan katta bo'lgan metallar tanlanishi kerak.

Ko'pchilik hollarda temir (III) ionni qaytarish uchun qalay (II) xloriddan foydalaniladi. Bunda xlorid kislotali temir (III) ning qaynoq eritmasiga tomchilab, to'q sariq rang yo'qolguncha qalay (II) xlorid eritmasidan qo'shiladi:



Temir (III) ionini titrlashga kirishishdan oldin qalay (II) xloridning ortiqcha miqdori oksidlanib, yo'qotilishi kerak. Buning uchun simob (III) xloriddan (sulema) foydalanish qulay:



Agar qalay (II) xlorid eritmasi 1-2 tomchidan ortiq bo'lsa, u suleamadagi simobni metallgacha qaytarishi mumkin. Metall holidagi simob esa Hg_2Cl_2 dan osonroq oksidlanadi.

Analizni bajarish tartibi. *Reduktsiya qaytarish* uchun reduktordagi metall 70-80 ml suyultirilgan (5% li) sulfat kislota eritmasi bilan yuviladi (yuvindi eritma tashlab yuboriladi). So'ngra reduktor 200-250 ml hajmli konussimon kolbaga o'rnatiladi va unga pipetka yordamida o'lchangan temir (III) eritmasi quyiladi va eritma sekin tomchilab oqiziladi. Shundan so'ng reduktordagi metall qatlami yana suyultirilgan (5% li) sulfat kislota eritmasining ≈ 100 ml bilan yuviladi. Kislota bilan yuvilgandan so'ng reduktordagi kislota qoldiqlari suv bilan yuvib tashlanadi. Konussimon kolbada yig'ilgan eritmaga 5-10 ml fosfat kislota va 2-3 tomchi difenilamin eritmasi qo'shilib, ko'k-binafsha rang paydo bo'lguncha 0,05 N li $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ eritmasi bilan titrlanadi.

Titrlash natijalari yuqoridagi tartibda laboratoriya jurnalida qayd qilinadi. Analiz natijalari yuqoridagicha hisoblanadi.

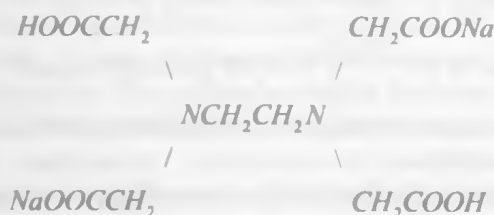
10.24. Kompleksimetriya

Kompleksimetriya usulida turli xil kompleks birikmalar hosil qiladigan moddalarni aniqlash mumkin. Kompleks hosil qiluvchi moddalarning turlariga ko'ra kompleksimetriya usullari kompleksonometriya, merkurimetriya, ftorometriya va boshqa usullarga bo'linadi. Bu usullar orasida kompleksonometrik usullar eng ko'p tarqalgan va ular boshqa usullarga ko'ra talaygina afzalliklarga ega. Bular qatoriga hosil bo'ladigan komplekslarning barqarorligi kompleksonlarning nisbatan arzonligi va eng muhimi xavfsizligi singarilar kiradi.

10.25. Kompleksonometriya

Kompleksonometrik titrlash metall kationlarining kompleksonlar bilan kompleks birikma hosil qilish reaksiyasiga asoslangan. Bunda juda barqaror, suvda yaxshi eruvchan ichki kompleks birikmalar hosil bo'ladi. Titrimetrik analizda asosan komplekson III yoki trilon

B deb ataladigan natriy digidroetilendiamintetraatsetat (EDTA) tuzi ishlatiladi. Komplekson III ning molekulyar formulasi quyidagicha:



Bu moddaning ionlanish konstantasi katta bo'lib, metallar bilan hosil qilgan kompleksining barqarorligi metallarning xususiyatiga bog'liq. Ichki kompleksning hosil bo'lishida metall ioni karboksil gruppada vodород atomining o'rini egallaydi, azot atomi bilan esa koordinatsion bog' hosil qiladi. Ajralgan vodородni bog'lash uchun reaksiya ammiakli bufer aralashma ishtirokida olib boriladi. EDTA ni qisqacha H_2Y^{2-} shaklda ifodalasak, reaksiya tenglamasi quyidagicha bo'ladi:



0,05 N li EDTA eritmasini tayyorlash. EDTA ning kationlar bilan kompleks hosil qilish reaksiyalarida ikkita vodород atomi almashganligi uchun modda ekvivalentining molyar massasi:

$$\mathfrak{Z} = \frac{M_{\text{ЭТА}}}{2} = \frac{372,24}{2} = 186,12$$

Demak, 1,0 / 0,05 N li eritma tayyorlashda $186,12 \cdot 0,05 = 9,306$ g EDTA, 500 ml tayyorlashda esa, $9,305 \cdot 500 / 1000 = 4,653$ g EDTA olish kerak bo'ladi.

EDTA ning eritmasini tayyorlashda uning hisoblangan tortimi texnik tarozida o'lchanib, o'lchov kolbasiga solinadi, ustiga kolbaning 1/3 qismigacha distillangan suv quyiladi va to'la erigyncha aralashtiriladi. Agar laboratoriyada EDTA ning yuqoriroq konsentratsiyali tayyor eritmasi bo'lsa, u holda shu eritmani suyultirib ham eritma tayyorlash mumkin.

0,05 N li EDTA eritmasining titrini o'rnatish. EDTA eritmasining titrini o'rnatishda kimyoviy toza CaCO_3 yoki kimyoviy toza Zn metali ishlatiladi.

Shuningdek, EDTA ning titri magniy sulfat fiksantli yordamida ham aniqlanishi mumkin.

Ruxning birlamchi standart eritmasini rux metalidan tayyorlash.
Rux tortimini hisoblash. Ruxning EDTA bilan reaksiyasidagi ekvivalentining molyar massasi uning molekulyar massasining

yarmisiga, ya'ni $\Xi = \frac{65,37}{2} = 32,69$ ga teng. Demak, 250 ml 0,05 N li rux eritmasini tayyorlashda rux metalidan $32,69 \cdot 0,05/4 = 0,4086$ g olish kerak bo'ladi.

Eritmani tayyorlashda 0,4-0,5 g massali k.t. rux metali gpanulasi oldin texnik tarozida o'lchab olinadi va so'ngga uning aniq massasi analitik tarozida tortib aniqlanadi. Tortim 250 ml li o'lchov kolbasiga solinadi, ustiga 5-6 ml konsentrlangan HCl va 5 ml suv quyiladi. Ruxning hammasi erib bo'lgach, kolbaning belgisigacha suv solinadi va eritma astoydil aralashtiriladi.

Rux eritmasining normalligi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$N_{Zn} = \frac{m_{Zn} \cdot 100}{32,69 \cdot 250}$$

bu yerda, m_{Zn} – ruxning massasi.

Ruxning birlamchi standart eritmasi yordamida EDTA eritmasini standartlash. Titrlash kolbasiga ruxning standart eritmasidan alikvot qism olinadi, ustiga 20 ml pH=11 bo'lgan ammiakli bufer aralashma va 1% li erioxrom qora T indikatorining bir necha kristallari (odatda ~1% li erioxrom qorasi osh tuzining mayda kristallari bilan aralashtirib tayyorlanadi) qo'shiladi. So'ngra hosil bo'lgan eritma standartlanadigan EDTA eritmasi bilan aralashmaning qizil rangi ko'kka kirgunga qadar titrlanadi. Oxirgi nuqtaga yaqin qolganda titrant juda sekinlik bilan tomchilatib qo'shilishi zarur. Titrlash kamida uch marta takrorlanadi va o'rtacha natija olinadi.

10.26. Eritmadagi rux yoki boshqa kationlar miqdorini edta eritmasi yordamida aniqlash

Aniqlash metall kationini EDTAning standart eritmasi yordamida pH=10–11 bo'lganda metalloxrom indikatorini – erioxrom qora T ishtirokida titrlashga asoslangan. Titrlashga ishqoriy metallar, ammoniy, kumush, talliy (I) kationlari xalaqit bermaydi. Boshqa

kationlarning xalaqit beruvchi ta'siri tegishli reagentlar yordamida bartaraf qilinadi.

Analizni bajarish tartibi. Analiz qilinadigan namunaning hisoblangan tortimi 250 ml li o'lchov kolbasiga solinadi, suvda yoki suyultirilgan HCl da eritiladi. So'ngra kolbaning belgisigacha suv solib, eritma astoydil aralashtiriladi. Shu eritmadan titrlash kolbasiga alikvot qism olib titrlanadi. Titrlash xuddi EDTA ni standartlashdagi kabi bajariladi.

Titrlash natijalari yuqorida ko'rsatilgan tartibda rasmiylashtiriladi. Analiz natijasi yuqorida keltirilgan tartibda hisoblanadi.

10.27. Alyuminiy miqdorini komiileksonometrik aniqlash

Alyuminiy ionini EDTA eritmasi bilan bevosita titrlash orqali aniqlab bo'lmaydi, chunki bunda kompleks hosil bo'lish reaksiyasi juda sekin boradi. Shuning uchun ham bilvosita titrlash usulidan foydalaniladi. Analiz qilinayotgan eritmaga ortiqcha miqdorda EDTAning standart eritmasidan solib, reaksiyani tezlatish uchun olingan aralashma suv hammomida qizdiriladi. Eritma sovitiladi va EDTAning ortiqcha miqdori ruxning standart eritmasi bilan titrlanadi. Alyuminiyning EDTA bilan reaksiyasini quyidagi tenglama bilan tasvirlash mumkin:



Analizni bajarish tartibi. Analiz qilinadigan namunaning hisoblangan tortimini 250 ml hajmli o'lchov kolbasiga to'liq o'tkazib, suyultirilgan HCl da eritiladi. Ammiak yordamida eritmaning pH=1-2 bo'lguncha neytrallanadi. Kolbaning belgisigacha suv quyib, eritma suyultiriladi va astoydil aralashtiriladi. Eritmadan alikvot qism olib titrlash kolbasiga solinadi, uning ustiga 40 ml EDTAning standart eritmasidan qo'shilib, aralashma qaynab turgan suv hammomida 5 daqiqa qizdiriladi. So'ngra menzurka yordamida unga 25 ml atsetatli bufer aralashma qo'shiladi va qizdirish yana 5 daqiqa davom ettiriladi.

Eritma xona temperaturasiigacha sovitilgach, ustiga indikatorning natriy xlorid bilan aralashmasidan bir necha kristali qo'shiladi va ruxning standart eritmasi yordamida titrlanadi. Eritma oxirgi nuqtada sariqdan qizg'ish binafsha rangga kiradi.

Titrlash natijalari yuqorida ko'rsatilgan tartibda rasmiylashtiriladi. Analiz natijasi yuqoridagidek hisoblanadi.

10.28. Suvning qattiqligini aniqlash

Suvning qattiqligi undagi kalsiy va magniy ionlari miqdori bilan belgilanadi va *mg-ekv/l* larda ifodalanadi. Ayrim hollarda suvning qattiqligi graduslarda ham ifodalanadi. Buning uchun *mg-ekv/l* lardagi qiymat 2,8 ga ko'paytiriladi.

Suvning umumiy qattiqligi uning namunasini erioxrom qora T indikator ishtirokida komplekson III bilan titrlab aniqlanishi mumkin. Odatda kalsiy va magniy miqdori aniqlanadi. Zarur hollarda ularning har birining miqdorini ham aniqlash mumkin. Bunda metallarning umumiy miqdoridan magniyni miqdori ayiriladi. Magniyni miqdorini aniqlashda suvning umumiy qattiqligi aniqlanganda olingancha alikvot qismi olinadi va eritmadagi kalsiy ioni kalsiy oksalat holda cho'ktiriladi. So'ngra eritmada qolgan magniy ioni komplekson eritmasi bilan titrlanadi. Kalsiyni miqdori natijalar farqiga ko'ra aniqlanadi. Rux va mis ionlari sulfidga bog'lanadi, marganetsning oksidlanmasligi uchun gidroksilamin qo'shiladi.

Analizni bajarish tartibi. Titrlash uchun olinadigan suv namunasining hajmi undagi kalsiy va magniy ionlarining umumiy miqdoriga bog'liq. Suvning qattiqligi 1-15 gradus bo'lsa, olinadigan alikvotning hajmi 100 ml bo'lishi kerak. Suvning qattiqligi 15-30 gradus bo'lganda 50 ml, 30-60 gradus bo'lganda esa 25 ml suv olinadi.

Konussimon titrlash kolbasiga suvning zaruriy alikvot qismi o'lchab olinadi va unga 5 ml ammiakli bufer aralashma ($\text{pH} \approx 9$), bir necha erioxrom qora T indikator (1 %) kristallari qo'shiladi. Aralashmaning hajmi 100 ml ga yetkazilib, 0,05 N li EDTA eritmasi yordamida indikatorning qizil rangi ko'kka o'zgarguncha titrlanadi.

Titrlash natijalari yuqorida ko'rsatilgan tartibda rasmiylashtiriladi. Analiz natijasi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$C_s = \frac{N_{\text{EDTA}} V_{\text{EDTA}} K}{V_{H_2O}} 1000$$

bu yerda, K – EDTA eritmasining tuzatish koeffitsienti;

V_{H_2O} – tekshiriladigan suv namunasining alikvot qismi hajmi, ml.

10.29. Titrimetrik cho'ktirish usullari

Titrimetrik cho'ktirish usullari qiyin eriydigan birikmalar hosil bo'ladigan reaksiyalarni qo'llashga asoslangan. Titrimetrik analizda qo'llaniladigan cho'ktirish reaksiyalarida ishlatiladigan cho'ktiruvchining nomi asosida usulning nomi yasaladi. Masalan, cho'ktiruvchi kumush birikmalari bo'lganda – argentometriya, simob (I) birikmalari bo'lganda – merkurometriya, ferrosianid bo'lganda – ferrosianidometriya va hk.

Juda ko'p cho'ktirish reaksiyalari ma'lum bo'lsa-da, titrimetrik analizda ularning ba'zilarigina qo'llaniladi. Buning qator sabablari bor. Ulardan biri quyidagi shartlarning bajarilishidir:

- 1) cho'kma amalda erimaydigan bo'lishi lozim;
- 2) cho'kma tez tushishi, o'ta to'yingan eritmalarning hosil bo'lishi yuz bermasligi kerak;
- 3) adsorbsiya hodisalari titrlash natijalariga salbiy ta'sir ko'rsatmasligi kerak;
- 4) titrlashda ekvivalentlik nuqtasini topish oson bo'lishi kerak.

Bu shartlar titrimetrik analizda qo'llanishi mumkin bo'lgan reaksiyalar sonini kamaytirib yuboradi. Bulardan tashqari, qo'llaniladigan reaktivlarning tannarxi, inson organizmiga ko'rsatadigan zaharli ta'siri va boshqalar usullar qo'llanilishini ancha cheklaydi.

10.30. Merkurometriya

Merkurometriya usuli simob (I) ion bilan cho'kma hosil qiladigan anionlarni aniqlashda ishlatiladi. Bu usul quyidagi reaksiyaga asoslangan:



Merkurometriya usuli argentometriya usuliga ko'ra ayrim afzalliklarga ega: tannarxi arzon, qimmatbaho reaktivlar talab etmaydi; simob (I) birikmalari kumush birikmalaridan kamroq eriydi; merkurometrik aniqlashlarni kislotali eritmalarda o'tkazish mumkin. Usulning *kamchiligi* — simob birikmalarining *zaharluligidir*.

Titrlashning oxirgi nuqtasini topish uchun $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ (qizil rangli eritma rangsizlanadi) va difenilkarbazon (ko'k rangli cho'kma tushadi) ishlatiladi.

10.31. Xloridlarni aniqlash

Xloridni merkurometrik usulda aniqlashda ularning eritmalari simob (I) nitrat eritmasi bilan titrlanadi. Reaksiya quyidagi tenglama bo'yicha boradi:



Indikator sifatida difenilkarbazon eritmasidan foydalaniladi. Bunda ekvivalentlik nuqtasini aniqlash ortiqcha miqdordagi Hg_2^{2+} ioni bilan difenilkarbazon nitrat kislotaning 6 N li eritmasida eriydigan ko'k rangli cho'kma hosil qilishiga asoslangan.

Kaliy xloridning 0,05 N li birlamchi standart eritmasini tayyorlash. *Kaliy xlorid toptimining massasini hisoblash.* Kaliy xloridning simob (I) ioni bilan bo'lgan reaksiyasida ekvivalentining molyar massasi 74,56 ga teng. 1,0 l 0,05 N li eritma tayyorlash uchun uning tuzidan $m = 74,56 \cdot 0,05 = 3,728$ g, 250 ml 0,05 N li eritma tayyorlash uchun esa: $m = 3,728 \cdot 0,25 = 0,932$ g olish kerak bo'ladi.

Eritmani tayyorlash uchun 0,9-1,0 g atrofida «kimyoviy toza» kaliy xlorid tuzi byuksga solinib, analitik tarozida tortiladi. Byuksdagi tuzni 250 ml o'lchov kolbasiga toza va quruq voronka orqali solinadi. Byuks tuz yuqi bilan yana analitik tarozida tortilib, massalar farqi asosida eritilgan tuzning massasi topiladi. Voronka devorlaridagi tuz yuvgich yordamida o'lchov kolbasiga yuvib tushiriladi. Tuz to'liq erib bo'lgach, kolbaning belgisigacha suv quyilib, eritma yaxshilab aralashtiriladi.

Tayyorlangan eritmaning normalligi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$N_{\text{KCl}} = \frac{a_{\text{KCl}} \cdot 1000}{74,56 \cdot 250}$$

bu yerda, a_{KCl} – KCl tortimining massasi.

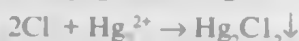
Simob (I) nitrat eritmasini kaliy xloridning birlamchi standart eritmasi yordamida standartlash. Simob (I) nitratning gidrolizlanmasligi uchun nitrat kislota qo'shilgan taxminiy 0,05 N li eritmasi laboratoriyada tayyor holda bo'ladi. Bu eritmadan o'lchov kolbasiga 500 ml olinadi. Agar laboratoriyada shunday konsentratsiyali eritma bo'lmasa, «kimyoviy toza» yoki «analiz uchun toza» nusxadagi $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ tuzidan eritma tayyorlanadi.

Simob (I) nitrat eritmasini standartlash uchun titrlash kolbasiga pipetka yordamida kaliy xloridning standart eritmasidan alikvot qism (20-25 ml) olib, unga 10 ml 2 N li nitrat kislota eritmasi, 5-6 tomchi difenilkarbazon indikatorini, ozgina (0,5 g) quruq mochevina (azot oksidlarini bog'lash uchun) qo'shiladi. So'ngra simob (I) nitratning standartlanadigan eritmasi bilan simob (I) xlorid suspenziyasining och havorangi ko'k binafsha pangga o'tguncha titrlanadi. Keyingi titrlashlarda indikatorni ekvivalentlik nuqtasiga titrantdan atigi 0,5 ml qo'shish kerak bo'lganda kiritish kerak, chunki bunda suspenziya rangining o'zgarishi keskin bo'ladi. Titrlash kamida 3 marta takrorlanadi.

Simob (I) nitrat eritmasining normalligi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$N_{\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2} = \frac{N_{\text{KCl}} V_{\text{KCl}}}{V_{\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2}}$$

Eritmadagi xlorid ionining miqdorini aniqlash. Xlorid ionini aniqlash nitrat kislotali muhitda oxirigacha miqdoriy va stexiometrik boradigan quyidagi reaksiyaga asoslangan:



Analizni bajarish tartibi. 250 ml hajmli o'lchov kolbasidagi tekshiriladigan eritma kolbaning belgisigacha suv bilan suyultiriladi, eritma astoydil aralashtirilgandan so'ng undan pipetka yordamida alikvot qism olinib, simob (I) nitratning standart eritmasi yordamida titrlanadi. Titrlash tartibi yuqorida simob (I) nitratni kaliy xloridning birlamchi standart eritmasi bo'yicha standartlashda keltirilgan.

Analiz natijalari yuqoridagi kabi hisoblanadi. Xatoni hisoblash uchun xlorid ionining haqiqiy miqdorini o'qituvchidan biling.

10.32. Ferrosianidometriya

Ferrosianidometriya usuli ferrosianid ion bilan kam eriydigan cho'kmalar hosil qiladigan moddalarni aniqlash usuli bo'lib, quyidagi reaksiyaga asoslangan:



Titrlashning oxirgi nuqtasi turli indikatorlar yordamida aniqlanadi.

Kaliy ferrosianidning 0,05 M eritmasini tayyorlash uchun $K_4[Fe(CN)_6]$ namunasi qayta kristallanadi va 130 °C da quritish shkafida quritiladi. Natijada olingan quruq modda dastlabki moddalarga qo'yiladigan talablarga javob beradi. Uning 0,05 M eritmasini tayyorlash uchun zarur bo'lgan namuna massasi

$$m_{K_4[Fe(CN)_6]} = \frac{368,36 \cdot 0,05 \cdot V_k}{1000}$$

formula yordamida hisoblanadi. 250 ml eritma tayyorlash uchun 4,6045 g atrofida modda oldin texnik va keyin analitik tarozida tortib olinadi. Tortib olingan namuna 250 ml hajmli o'lchov kolbasida eritiladi. Hosil qilingan eritma kolbaning belgisigacha suyultirilib, yaxshilab aralashtirilsa, ishga yaroqli bo'ladi. Ko'pincha, kaliy ferrosianidning taxminiy konsentratsiyali eritmasi tayyorlanib, uning titri rux sulfat yoki rux metalidan tayyorlangan eritma yordamida aniqlanadi.

0,1 M 1 l $ZnSO_4$ eritmasini tayyorlash uchun 6,5 g rux metali olib, uni 1 l hajmli o'lchov kolbasida 2 N li H_2SO_4 eritmasida eritib, eritmaning hajmini 1 l ga yetkazish kerak.

Kaliy ferrosianid eritmasini standartlash uchun tayyorlangan rux sulfat eritmasidan 25 ml olib, unga 50 ml suv, 2 g ammoniy sulfat, 20 ml 6 N li H_2SO_4 , 2-3 tomchi 1 % li $K_4[Fe(CN)_6]$ eritmasi va difenilaminning (indikator) konsentrlangan sulfat kislotadagi 1 % li eritmasidan 3 tomchi qo'shiladi. Hosil qilingan aralashma ozgina vaqtga qoldiriladi, eritma havorang tusga kirgach, 0,05 M $K_4[Fe(CN)_6]$ eritmasi yordamida sariq rang paydo bo'lguncha titrlanadi. $K_4[Fe(CN)_6]$ eritmasining ortiqcha hajmi rux sulfat eritmasi bilan tomchilab sekin titrlangan holda aniqlanadi. 3 tomchi indikator uchun sarflangan titrant hajmiga 0,05 ml qo'shish tavsiya qilinadi.

Rux ionini aniqlash. Eritmadagi rux ionini yoki rux qotishmasidagi ruxni aniqlash uchun tegishli miqdor namuna olinadi. Bunda hosil qilingan eritmaning taxminiy konsentratsiyasi 0,1 M atrofida bo'lishiga ahamiyat beriladi. Agar rux qotishmasi olingan bo'lsa, u 6 N li sulfat kislotada yuqoridagi kabi eritiladi va eritma tayyorlanadi.

Analizni bajarish tartibi yuqorida keltirilgan. Analiz natijasini hisoblashda kaliy ferrosianidning rux bo'yicha titridan foydalanish qulay. Buning uchun quyidagi formula asosida

$$T_{K_4[Fe(CN)_6]/Zn} = \frac{65 \cdot C_{K_4[Fe(CN)_6]}}{1000}$$

$K_4[Fe(CN)_6]$ ning rux bo'yicha titri hisoblanadi. Bu yerdagi $C_{K_4[Fe(CN)_6]}$ ni hisoblashda dastlabki titrlashda sarflangan $K_4[Fe(CN)_6]$ eritmasi hajmiga 0,05 ml qo'shilishi va undan ortiqcha $K_4[Fe(CN)_6]$ ni titrlashga ketgan rux eritmasiga to'g'ri keladigan $K_4[Fe(CN)_6]$ hajmi ayirib tashlanishi kerak. Aniqlanadigan moddaning massasi:

$$m_{Zn} = T_{K_4[Fe(CN)_6]/Zn} \cdot V_{Zn}$$

formula yordamida hisoblanadi. Agar tekshirish uchun rux qotishmasi olingan bo'lsa, undagi ruxning massa ulushi quyidagicha hisoblanadi:

$$\omega_{Zn} = \frac{m_{Zn}}{a} 100, \%$$

bu yerda, a – namunaning massasi.

II QISM

I BOB

1. ELEKTR KIMYOVIY ANALIZ USULLARI

Elektr kimyoviy analiz usullari elektr kimyoviy reaksiyalarni o'rganishga asoslangan. Elektr kimyoviy reaksiya — tekshiriladigan sistemaning elektrik kattaliklari o'zgarishi bilan bo'ladigan reaksiyadir.

Analitik kimyoda keng qo'llaniladigan elektr kimyoviy analiz usullari o'lchanadigan qiymatlarga ko'ra potentsiometriya (potensial), konduktometriya (elektr o'tkazuvchanlik), voltamperometriya (tok yoki potensial), kulonometriya (elektr miqdori) usullariga bo'linadi.

1.1. Potensiometriya

Potensiometrik analiz usullari elektrod potensialini o'lchashga asoslangan bo'lib, elektrod potensialini bilan eritmaning konsentratsiyasi orasidagi bog'lanishni o'rganadi. Elektrolit eritmasiga elektrodlar tushirilganda, elektrod bilan eritma orasidagi sirt chegarasida potensial yuzaga keladi. Bu potensial Nernst tenglamasi yordamida ifodalanadi:

$$E = E_o + \frac{RT}{nF} \ln \frac{a_{Ox}}{a_{Red}} \quad (1.1)$$

bu yerda, $a_{Ox} = \gamma[Ox]$; $a_{Red} = \gamma[Red]$; $[Ox] = f_{C_{Ox}}$; $[Red] = f_{C_{Red}}$,

C_{Ox} va C_{Red} — umumiy konsentratsiyalar;

$[Ox]$ va $[Red]$ — muvozanatdagi konsentratsiyalar;

γ_{Ox} va γ_{Red} — eritmadagi ionlarning o'zaro elektrolitik ta'sirini aks ettiruvchi aktivlik koeffitsientlari;

f_{Ox} va f_{Red} — tarkibiy qismlar yonaki reaksiyalarining aktivlik koeffitsientlari.

Potensiometrik analiz usullari bevosita va bilvosita usullarga bo'linadi. *Bevosita usullarda* moddalarning konsentratsiyalari va

aktivliklari (pH , pM , pA), dissotsiatsiya konstantalari (pK_a , pK_b), muvozanat va barqarorlik konstantalari, eruvchanlik ko'paytmalari va boshqa fizik-kimyoviy kattaliklar aniqlanadi. Bilvosita usullar yordamida titrlash (protolitometriya, oksredmetriya, kompleksimetriya va shu kabilar) davomida titrlashning oxirgi nuqtasi topiladi. Potensiometriyada potensialni o'lchash uchun indikator (vodorod selektiv shisha, natriy yoki boshqa ionga selektiv shisha yoki membrana, metall, metall oksid va boshqa) va taqqoslash (normal vodorod, kumush xloridli, talliy xloridli, to'yingan kalomel va boshqa) elektrodlar ishlatiladi. Potensiometriyaning ayrim ionlarni aniqlashga mo'ljallangan indikator elektrodleri ishlatiladigan sohasiga *ionometriya* deyiladi. Taqqoslash elektrodleri o'lchash davomida doimiy haroratda o'z potensialini o'zgartirmaydi. Potensiometrik titrlashning oxirgi nuqtasini topish uchun hisoblash, chizma (integral, differensial, ikkinchi darajali hosila, egri chiziqlarni to'g'rilash — Gran) va muayyan potensial (pH) gacha titrlash usullari mavjud.

1.2. Laboratoriya ishlarini bajarish bo'yicha uslubiy ko'rsatmalar

Laboratoriya mashg'ulotida amaliy ishlarni bajarishga kirishishdan oldin talaba quyidagilarni bilib olishi kerak:

1. Asbobda ishlash va elektrodlerden foydalanish qoidalarini;
2. Ishni bajarish tartibi va xavfsizlik texnikasi qoidalarini;
3. Zarur bo'lgan reaktivlar va kimyoviy jarayonlarning tenglamalarini;
4. Analiz natijalarini hisoblash va taqdim etish tartibi va shu kabilarni.

Har bir amaliy ishni bajarishda quyidagilarga qat'iy rioya qilish kerak:

1. Analiz uchun olinadigan modda yoki uning eritmasini ko'rsatilgan miqdorda olishga;
2. Ishni bajarish tartibida keltirilgan har bir ko'rsatmani to'g'ri va aniq bajarishga;
3. Analizni bajarish davomida har bir olingan qiymatni (asbobning ko'rsatishi, alikvot qismning hajmi, qo'shilgan titrant hajmi va boshqalar) darhol laboratoriya jurnaliga yozishga;

4. Bajarilayotgan har bir amalning mohiyatini har tomonlama o'ylab, undan tegishli xulosalar chiqarishga;

5. Olingan har bir natijani o'zaro taqqoslash va keskin chetlashgan qiymatlarni tashlab yuborishga;

6. Har bir parallel tajriba orasida titrlash stakani, elektrodlar va boshqalarni distillangan suv bilan tozalab yuvishga;

Ishni tugatgandan keyin asboblardagi eritmalarni maxsus idishlarga solish, elektrodlar va boshqa jihozlarni tozalab yuvish kerak. Elektrodلarni albatta distillangan suvda qoldirish, ish joyini tozalab, laborantga topshirish kerak.

1.3. Potensiometrlarda ishlash tartibi

Laboratoriya pH-metrlari eritmалarning pH, pNa va boshqa shularga o'xshash funksiyalarini o'lchash, shuningdek, potensiometrik titrlashni amalga oshirish uchun mo'ljallangan. Bugungi kunda mamlakatimiz o'quv yurtlarida shu turdagi turli-tuman asboblار mavjud. Ularning deyarli hammasi vodorodselektiv (boshqa elementga selektiv) shisha elektrod va kumush xloridli elektrodlar bilan jihozlangan.

Mamlakatimiz o'quv yurtlarida ko'p tarqalgan pH-262, pH-340, pH-673 markali pH-metrlar va EV-74, I-110, I-120, 120-2, I-130 markali ionomerlar va boshqa shu kabi asboblarda ishlash uchun, eng avvalo, ular ishga sozlanadi. pH-262 va pH-340 markali pH-metrlarning tashqi ko'rinishi ancha o'xshash. Asboblarning barcha boshqarish qismlari asbobning tashqarisida joylashgan. Undagi «E», «pH_i», «S₂₀» va «a» dastalari asboblarni bufer eritmalar yordamida sozlashga mo'ljallangan. Asboblarning shkalalari pH va mV larda bo'lib, tegishli dasta yordamida o'lchanadigan qiymat o'rnatiladi. O'lchash asbobi yuqorigi va pastki shkalalardan iborat. Yuqorigi shkala kichik oraliqni, pastkisi — katta oraliqni o'lchashga mo'ljallangan. Ularning asboblardagi qiymatlari har xil. pH-262 asbobida potensialning manfiy qiymatdan musbatga o'tishida kalit holatini o'zgartirishga hojat yo'q. Biroq, pH-340 asbobida u muayyan dasta yordamida amalga oshiriladi. O'lchash oralig'ini o'rnatish uchun maxsus dasta xizmat qiladi. Agar o'lchash oralig'i tor doiraga o'rnatilgan bo'lsa, pH yoki mV yuqorigi shkaladan, keng doiraga o'rnatilgan bo'lsa, pastki shkaladan olinadi. Yuqorigi aniq

shkalani qo'llaganda uning boshlanishi maxsus dasta yordamida o'rnatiladi. O'lchash haroratini moslashtirish uchun termokompensator ko'zda tutilgan. Haroratni moslashtirish qo'lda yoki avtomatik ravishda amalga oshiriladi. Avtomatik moslashtirish uchun maxsus termokompensator tekshiriladigan eritmaga tushiriladi. pH-262 asbobida haroratni moslashtirish uchun qo'shimcha qism ko'zda tutilgan.

Shunday imkoniyatlar boshqa potentsiometrlarda ham mavjud. Ionomer-120, 120.2 va 130 ning o'lchash ekranlari raqamli bo'lib, manfiydan musbatga va aksincha avtomatik ravishda o'zgaradi. Agar asbobning ko'rsatishi manfiy bo'lsa, raqam oldida «-» ishorasi bo'ladi. Bu asboblarning «V» rejimida potentsialni millivolt yoki voltlarda ko'rsatadi. Raqamlarning eng oxirigisi 0,1 mV bo'lib, uni asbobning orqa tomonining yuqorisidagi o'ngdan uchinchi tugmacha bilan o'chirib qo'yish mumkin. Bu asbob eritmaning pH qiymati va potentsialidan tashqari bir va ikki valentli kation va anionlarning aktivliklari ko'rsatkichini ham o'lchash imkonini beradi.

Barcha pH-metr va ionomerlarni ishga tayyorlash vaqtida ular bufer eritmalarning pH qiymatiga sozlanadi. Buning uchun asboblardan foydalanish yo'riqnomalarida ko'rsatilgan tartibda maxsus fiksantlar yordamida bufer eritmalar tayyorlanib, ularning potentsiallari o'lchanadi va tegishli dastalar yordamida asbob sozlanadi. Asboblarni bufer eritmalarga sozlash uy haroratida termokompensatorning tegishli qiymatga o'rnatilgan holatida amalga oshiriladi.

Asboblarni ishga tayyorlashdan oldin ularni 30—40 daqiqa davomida elektr manbasiga ulab, lampalar tegishli rejimgacha isitiladi. Shunda asboblarning ko'rsatishi nominalga to'g'ri keladi.

1.4. Eritmaning pH qiymati va shisha elektrodning standart potentsialini aniqlash

Vodorod ionining aktivligini vodorod ioniga nisbatan qaytar elementning EYUK ni o'lchash yordamida aniqlash mumkin. Ko'p hollarda pH ni o'lchash:

$Rt \cdot H_2$ /tekshiriladigan eritma/ KCl to'yingan/ standart elektrod turidagi elementlarning EYUK ni o'lchashga asoslangan.

Vodorod ionining aktivlik ko'rsatkichi elementning EYUK bilan quyidagicha bog'langan:

$$pH = pH_o + \frac{(E_x - E_o)F}{RT \ln 10} = pH_o + \frac{E_x - E_o}{0,000198 \cdot T} \quad (1.2)$$

bu yerda, pH_o — standart eritmaning vodorod ko'rsatkichi;

E_o — potensialning o'lchangan qiymati.

Odatda vodorod elektrodi shisha elektrodi (ahyon-ahyonda surma yoki xingidron) bilan almashtiriladi. Taqqoslash elektrodi sifatida kalomel yoki kumush xloridli elektrod ishlatiladi. Ishni boshlashdan oldin shisha elektrodini darajalash, ya'ni pH-E bog'liqlikning to'g'ri chiziqli sohasini topish lozim.

Ishni bajarish tartibi. Shisha elektrodini ishga tayyorlashda, u oldin ishlatilmagan bo'lsa, 24 soat ishlatilgan bo'lsa, 8 soat 0,1 N HCl eritmasiga solinadi. So'ngra distillangan suv bilan chayiladi va shundan keyin ishlatilishi mumkin.

Elektrodni va pribopni darajalash uchun pH qiymatlari 1,68; 3,56; 4,01; 6,86; 9,68 bo'lgan bufer eritmalar tayyorlanadi. Bufer eritmalarini tayyorlash uchun shisha idishda ikki marta haydalgan bidistillyat ishlatiladi. Har bir eritma uchun EYUK o'lchanadi va pH- E_x bog'liqligi chizmasi tuziladi. Agar chizma to'g'ri chiziqli bo'lsa, shisha elektrodi ishga tayyor hisoblanadi.

Shisha elektrodining standart potensialini (E_o) aniqlashda quyidagi sistemalardan foydalaniladi. 200 ml 0,2 M natriy gidrofosfat eritmasi (A eritma) va 200 ml limon kislota eritmasi (B eritma) olinib, ularning pH qiymatlari ma'lum bo'lgan aralashmalar tayyorlanadi. Buning uchun mikrobyuretkalar yordamida har bir modda eritmasidan quyidagi miqdorlarda olib aralashtiriladi:

A, ml	1,24	4,94	7,71	9,86	15,45	19,16	
B, ml	18,76	15,06	12,29	10,14	7,37	5,86	0,86
pH	2,4	3,2	4,0	4,8	6,0	6,8	7,8

Bu eritmalarining EYUK va pH qiymatlari o'lchanadi hamda ular ish jupnalida qayd qilinadi. So'ngra yuqorida tayyorlangan bufer eritmalaridan foydalanib, tuzilgan darajalash chizmasi yordamida eritmalarining EYUK ga to'g'ri keladigan pH qiymatlari topiladi, ular o'lchangan va keltirilgan pH qiymatlari bilan solishtiriladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Shisha elektrodining standart potentsiali (E_o) har bir eritma uchun alohida aniqlanadi:

$$E_o = E - 0,000198pH \quad (1.3)$$

Hisoblanadigan qiymatlar solishtiriladi va ularning o'rtachasi topiladi.

1.5. Ftorid yoki natriy ionini ionometrik aniqlash

Ftorid (natriy) ionining miqdorini aniqlash ftorid selektiv (natriyselektiv) elektrodning tegishli sistemalardagi potensialini o'lchashga asoslangan. Analiz maxsus ionomer yordamida yoki potensiometr — pH-metr yordamida bajarilishi mumkin. pH-metrdan foydalanganda, uning shkalasini tegishli qiymatlarda darajalash kerak. Ionlarni aniqlashning mavjud kimyoviy usullari ko'p mehnat va vaqt talab etadi. Biroq, ularning aniqligi va to'g'riligi kam. Ionlarni ionometrik aniqlash istiqbolli yo'nalishdir.

Ftorid (natriy yoki boshqa) selektiv elektrodning potentsiali tegishli ionning aktivligiga bog'liq:

$$E = E_o + \frac{RT}{nF} \ln a_F = E_o + \frac{RT}{nF} \ln \gamma_F + \frac{RT}{nF} \ln c_F \quad (1.4)$$

Doimiy ion kuchiga ega bo'lgan eritmalar uchun $\frac{RT}{nF} \ln \gamma_F$ qiymat doimiy bo'lishi mumkin (formal yoki real potentsial). Real potentsial har bir eritma uchun tegishli qiymatga ega bo'ladi.

Ishni bajarish tartibi. Agar standart eritmalar tayyor bo'lmasa, ular aniq namunalar olish yo'li bilan 1 M konsentratsiyali eritmalarini ketma-ket suyultirish yordamida tayyorlanadi. Tayyorlangan 1 M eritmaning muayyan qismlarini 10 martadan ketma-ket suyultirib 0,1; 0,01; 0,001; 0,0001; 0,00001 M eritmalar hosil qilinadi. Eritmaning ion kuchini doimiy saqlab qolish uchun har bir eritmani atsetatli bufer aralashma yordamida suyultirish lozim. Shu eritmalarining har biri uchun elektrod potentsiali o'lchanadi va E-igc bog'lanish asosida darajalash chizmasi tuziladi.

So'ngra tekshiriladigan modda eritmasining elektrod potentsiali o'lchanadi. Darajalash chizmasi yordamida aniqlanayotgan ionning konsentratsiyasi topiladi.

Analiz natijasini hisoblash. Aniqlanayotgan ionning namunadagi miqdori (g) quyidagicha hisoblanadi:

$$x = \frac{N_x \mathfrak{Z}_x V_x}{1000} \quad (1.5)$$

bu yerda, N_x – aniqlanayotgan eritmaning darajalash chizmasi yordamida topiladigan normalligi;

$\mathfrak{Z}_x$ – aniqlanayotgan ion ekvivalentining molyar massasi;

V_x – tekshirilayotgan eritmaning hajmi, ml.

1.6. Kuchli kislota yoki asoslarni aniqlash

Aniqlash suvli yoki suvsiz erituvchilar muhitida kislota asosli titrlashga asoslangan. Kuchli kislota yoki ishqor eritmasi suvli, kuchsiz kislota yoki asos eritmasi suvsiz erituvchilar muhitida titrlanadi. Ayrim olingan kislota eritmasini titrlash uchun protofil erituvchi yoki ayrim olingan asosni titrlash uchun protogen erituvchi tanlansa, kuchsiz elektrolitlar kuchli elektrolitlarga aylanadi.

Ishni bajarish tartibi. 50 ml hajmli titrlash stakaniga tekshiriladigan kislota eritmasidan darajalangan pipetka yordamida 2–5 yoki 10 ml (o'qituvchi ko'rsatmasiga binoan) miqdorida solinadi. So'ngra tanlangan erituvchidan eritmaning umumiy hajmi 20 ml ga yetguncha qo'shiladi. Eritmaga oldindan tayyorlab qo'yilgan elektrodlar tushirilgandan (ularni stakan tubidan 7–10 mm yuqori joylashtirilishi va shisha elektrodning sharigi eritmaga botib turishi kerak) so'ng eritmaga magnitli aralashtirgichning o'zagi tushirilib, aralashtirgich elektr manbaiga ulanadi. Aralashtirish tezligi shunday bo'lishi kerakki, eritma stakandan toshmasin va elektrodlar atrofida voronka hosil qilmasin. Byuretkadagi titrant eritmasidan har 30–40 sek odatda 1 ml dan qo'shib, titrlash davom ettiriladi. Titrlashning har bir nuqtasiga (qo'shilgan har bir titrant hajmiga mos keladi) to'g'ri keluvchi pH yoki EYUK qiymati pH-metrning pastki shkalasidan yozib olinadi. Potensiometr ishlatilganda undan bo'g'in potensialiga son jihatidan teng, lekin unga teskari yo'nalgan potensial galvanometr nolni ko'rsatguncha beriladi. Titrlash potensial yoki pH sakrashi yuz bergandan keyin yana 4–5 nuqta olinguncha davom ettiriladi. Birinchi titrlash natijasi bo'yicha sakrash sohasi aniqlanadi va undan keyingi titrlashlarda sarflangan titrantning aniq hajmi topiladi. Buning uchun birinchi titrlashdagi sakrash sohasigacha titrant millilitrlab (yirik hajmlarda), so'ngra tomchilab (kichik hajmlarda)

qo'shiladi. Aniq va to'g'ri natija olish uchun kamida 5–9 parallel titrlash o'tkaziladi.

Titrlash natijalari laboratoriya jurnaliga titrlash qaydnomasi (1.1-jadval) shaklida qayd qilib boriladi.

1.1-jadval

Titrlash qaydnomasi

Titrant hajmi, ml/tomchi	Parallel titrlashlar natijalari						
	1	2	3	4	5	6	7
1 ml							
2 ml							
3 ml							
4 ml							
2 tomchi							
4 tomchi							
6 tomchi							
8 tomchi							
10 tomchi							
12 tomchi							

Titrlash qaydnomasiga kiritilgan qiymatlar asosida titrlash egri chizig'i (chiziqlari) tuziladi.

Analiz natijalarini hisoblash

$$x = \frac{N_{NaOH} V_{NaOH} \mathcal{E}_{HA} V_k}{1000 V_a} \quad (1.6)$$

formula yordamida amalga oshiriladi.

Bu yerda, N_{NaOH} – ishqorning normalligi;

V_{NaOH} – ishqorning titrlashga sarflangan hajmi, ml;

$\mathcal{E}_{HA}$ – tekshiriladigan kislota ekvivalentining molyar massasi;

V_k – tekshiriladigan eritmaning umumiy hajmi, ml;

V_a – tekshiriladigan eritma alikvot qismining hajmi, ml.

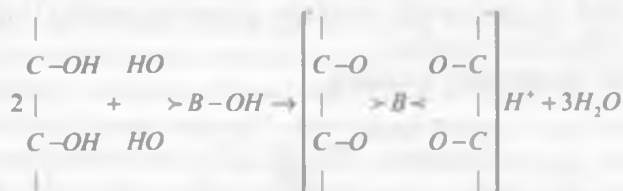
Olingan natijalar 1.2-jadvalga kiritiladi.

Titrlash natijalari

Aniqlanadigan modda	Topildi, g	O'rtacha qiymat, $\bar{x}$, g	Standart chetlashish, s	Ishonchlilik chegarasi, $\frac{st_{t=0.95}}{\sqrt{n}}$, g	Xato, %

1.7. Borat kislotani suv va spirt eritmalarida aniqlash

Borat kislota kuchsiz ($pK_a=9,24$) kislota bo'lganligi uchun uni suvli eritmalarida ishqor eritmasi bilan bevosita titrlashning potentsial sakrashi kichik va aniqligi kam bo'ladi. Shuning uchun suvli eritmalarida borat kislotani glitserin yoki mannit ta'siridan kompleksga bog'lash kerak. Kompleksning hosil bo'lishi natijasida kuchsiz borat kislota kuchli boromannit yoki boroglitserat kislotaga aylanadi:



Suvsiz eritmalarida borat kislotani ishqor eritmasi bilan bevosita titrlab aniqlash mumkin. Bunda tanlanadigan erituvchining avtoprotoliz konstantasi qiymati qancha katta bo'lsa, titrlash aniqligi shuncha yuqori bo'ladi.

Suvli eritmalarida titrlash tartibi. 50 ml hajmli stakanga tekshiriladigan borat kislota eritmasidan 5–10 ml solinadi, unga elektrodlar tushiriladi (ular stakan tubidan 7–10 mm balandlikda bo'lishi kerak). Shisha elektrodning sharsimon qismi botguncha stakanga distillangan suv quyiladi. So'ngra stakanga magnitli aralashtirgichning o'zagi tushiriladi va aralashtirgich elektr manbaiga ulanadi. Eritmaga 2–3 ml glitserin yoki 3–4 g mannit qo'shiladi. Aralashmaning o'rtacha tezligida byuretkadagi

ishqopning standart eritmasidan har 30–40 sek oralig'ida 1 ml qo'shib, asbob ko'rsatishi pastki shkala bo'yicha qayd qilinadi. Titrlash potensial sakrashi yuz berguncha titrantdan 1 ml dan qo'shib, potensial sakrashi sohasida tomchilatib qo'shish davom ettiriladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Titrlash qaydnomasiga kiritilgan qiymatlardan foydalanib, har bir titrlash uchun egri chiziqlar chiziladi va ular yordamida titrantning e.n.ga mos keluvchi hajmlari topiladi. Bu hajmlar bo'yicha analiz natijalari yuqoridagi formula yordamida hisoblanadi va 2-jadvalga kiritiladi.

Spirтли eritmalarida titrlash tartibi. Ish suvli eritmalarida titrlash tartibi yordamida bajariladi. Bunda eritmalar spirt muhitida tayyorlanadi va spirt elektrodlar botguncha quyiladi. Spirt muhitida titrlashda eritmaga glitserin yoki mannit qo'shilmaydi.

Analiz natijalarini hisoblash (1.6) tenglama asosida amalga oshiriladi va natijalar 2-jadvalga kiritiladi.

1.8. Xlorid va fosfat kislotalari aralashmasining analizi

Suvli eritmalar ichida xlorid kislota kuchli kislota bo'lib, fosfat kislota faqat birinchi bosqich bo'yicha kuchli hisoblanadi. Ular aralashmasi suvli eritmalarida titrlanganda titrlash egri chizig'ida ikkita sakrash kuzatiladi. Birinchi sakrash HCl va H_3PO_4 ning birinchi bosqich ($pK_1=2,12$) bo'yicha titrlanishiga, ikkinchi sakrash esa H_3PO_4 ning ikkinchi bosqich ($pK_2=7,21$) bo'yicha titrlanishiga to'g'ri keladi. H_3PO_4 suvli eritmalarida uchinchi bosqich ($pK_3=12,36$) bo'yicha titrlanmaydi. Titrlashni biror tabaqalovchi suvsiz erituvchi muhitida o'tkazganda fosfat kislota uchinchi bosqich dissotsiatsiyasi bo'yicha ham titrlanadi.

Ishni bajarish tartibi. Titrlash stakaniga 2–5 yoki 10 ml tarkibida tekshiriladigan kislotalar aralashmasi bo'lgan eritma darajalangan pipetka yordamida o'lchab solinadi. Eritmaning umumiy hajmi 20 ml bo'lguncha tegishli erituvchi qo'shiladi. Eritmaga elektrodlar tushirilib, unga magnitli aralashtirgichning o'zagi kiritiladi va magnitli aralashtirgich elektr manbaiga ulanadi. Aylanayotgan o'zak elektrodلarga tegmasligi kerak. Aylantirish tezligi shunday tanlanishi kerakki, eritma atrofga sachramasin hamda voronka hosil bo'lmasin. Aralashtirgichning o'rtacha tezligida byuretkadagi ishqorning standart eritmasidan har 30–40 sekundda 1 ml dan qo'shib eritma titrlanadi. Titrlash ikkinchi sakrashdan keyin yana 4–5 nuqta olinguncha davom

ettiriladi. Suvsiz eritmalarda titrlash uchun ishqorning etanoldagi eritmasini ishlatish tavsiya qilinadi. Potensial sakrashi sohasida titrlash tomchilab o'tkazilsa, aniq natijalar olish mumkin. Titrlash natijalari qaydnoma shaklida yozib boriladi. 5–9 parallel titrlash bajariladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Titrlash natijalari quyidagi tenglamalar yordamida hisoblanadi:

$$x_{HCl} = \frac{N_{NaOH} \cdot (2V_{NaOH} - V'_{NaOH}) \cdot 36,45 \cdot V_k}{1000 \cdot V_a} \quad (1.7)$$

$$x_{H_3PO_4} = \frac{N_{NaOH} \cdot (V'_{NaOH} - V''_{NaOH}) \cdot \mathcal{O}_{H_3PO_4} \cdot V_k}{1000 \cdot V_a} \quad (1.8)$$

bu yerda, $\mathcal{O}_{H_3PO_4}$ – fosfat kislota ekvivalentining molyar massasi (suvli eritmada titrlaganda 49; suvsiz eritmada titrlaganda 32,67); – titrant eritmasining konsentratsiyasi, ekv mol/l; V'_{NaOH} – titrant eritmasining birinchi ekvivalentlik nuqtasiga to'g'ri keladigan hajmi, ml; V''_{NaOH} – titrant eritmasining ikkinchi ekvivalentlik nuqtasiga to'g'ri keladigan hajmi, ml; V_k – titrlanadigan aralashma eritmasining umumiy hajmi, ml; V_a – titrlanadigan aralashma eritmasining titrlash uchun olingan qismining (aliquot) hajmi, ml.

Suvsiz eritmalarda titrlaganda HCl ning miqdori:

$$x_{HCl} = \frac{N_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 36,5 \cdot V_k}{1000 \cdot V_a} \quad (1.9)$$

va H_3PO_4 miqdori (1.7) – tenglama yordamida hisoblanadi.

1.9. Yodni aniqlash

Yodni aniqlash oksidlash-qaytarilish reaksiyasiga asoslangan bo'lib, u natriy tiosulfatning standart eritmasi yordamida titrlanadi. Bu ishini bajarishda oxirgi nuqtani topishning hisoblash usulidan foydalanish ko'zda tutilgan.

Ishni bajarish tartibi. Titrlash stakaniga 5–10 ml tekshiriladigan yod eritmasi, 0,3–0,5 g quruq natriy gidrokarbonat solinadi va 10–15 ml distillangan suv qo'shib eritiladi. So'ngra elektrodlar va aralashtirgich o'zagi tushirilib, magnitli aralashtirgich tokka ulanadi.

Aralashtirish tezligi o'rtacha bo'lsin, eritmaning atrofga sachrashiga yo'l qo'yilmasin.

Dastlabki titrlashda potensial sakrashiga mos keluvchi natriy tiosulfatning hajmi taqribiy aniqlanadi va keyingi parallel titrlashlarda sakrash sohasida titrant tomchilab qo'shiladi. Taqribiy titrlashda titrant 1 ml dan qo'shib boriladi. Aniq titrlashlar natijasi 3-jadvalga kiritiladi. 1.3-jadvalda misol tariqasida ayrim qiymatlar keltirilgan bo'lib, usulning mohiyatini tushunishni osonlashtiradi.

1.3-jadval

Taqribiy titrlash			Aniq titrlash		
Qo'shilgan titrantning hajmi, ml	O'lchangan EYUK qiymatlari, mV	EYUK qiymatlari farqlari	Qo'shilgan titrantning hajmi ml/tomchi	O'lchangan EYUK qiymatlari, mV	EYUK qiymatlari farqlari
1	400		1	400	
2	400	000	2	400	000
3	398	002	3	398	002
4	394	004	4	396	002
5	220	174	2	390	006
6	200	020	4	380	010
7	197	003	6	258	122
			8	246	012

Jadvaldagi natijalardan ko'rinib turibdiki, EYUK ning keskin sakrab o'zgarishi 5 ml titrant sohasiga to'g'ri keladi. Demak, 4 ml titrant qo'shilgandan keyin en ni aniq topish uchun tomchilab titrlash boshlanadi.

Aniq titrlashda potensial sakrash sohasida 1.3-jadvalga tomchilar soni yoki ularga mos keluvchi hajm kiritiladi.

Potensialning sekin sakrab o'zgarish nuqtasi en ga to'g'ri keladi. Titrlash uchun sarflangan titrantning hajmini topish uchun taqribiy titrlashda potensial sakrashigacha ketgan titrant hajmiga (misolda, 4 ml) tomchilab titrlash davomida qo'shilgan titrantning hajmi qo'shiladi. Tomchilab titrlashga sarflangan titrantning hajmini topish uchun tomchilar soni bitta tomchining hajmiga ko'paytiriladi. Bitta tomchining hajmini topish uchun 1 yoki 2 ml eritmadagi tomchilar soni aniqlanadi va tegishli hajm tomchilar soniga bo'linadi.

Analiz natijalarini hisoblash uchun (1.6) formuladan foydalaniladi.

1.10. Temir (III) ionini aniqlash

Temir (III) ionini kislota-asosli, oksredmetrik va kompleksimetrik titrlash usullari asosida aniqlash mumkin. Temir (III) ion suvda va suvsiz eritmalarda kislota xossasiga ega. Suvli eritmalarda u ancha kuchli kislota sanaladi ($pK = 1,98$). Shuning uchun uni ishqor eritmasi bilan titrlash mumkin. Temir (III) ionini oksredmetrik aniqlashda uni temir (II) ionigacha qaytarishga to'g'ri keladi, chunki temir (III) ionini qaytaruvchi bilan titrlaganda titrlash xatosi qaytaruvchining saqlanganda oksidlanishi tufayli katta bo'ladi, temir (II) ionini oksidlovchi bilan titrlash qulay va aniqdir. Temir (III) ionini qaytarish uchun qalay (II) ionidan foydalanish yaxshi natijalar beradi. Eritmada temir (III) ionini qaytarganda hosil bo'lgan temir (II) ion bilan birgalikda reaksiyaga sarflanmay qolgan qalay (II) ion ham bo'ladi. Ularni kaliy dixromatning ishchi eritmasi bilan titrlash mumkin. Bunda

$E_{\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}} = +0,15$ V bo'lgan qalay (II) ion birinchi, $E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = +0,771$ V bo'lgan temir (II) ion ikkinchi bo'lib titrlanadi. Bu aralashmani tabaqalab aniqlash uchun ishchi eritmasi sifatida kaliy dixromatning 0,05 N eritmasi ishlatiladi.

Titrlash egri chizig'ida ikkita yorqin ifodalangan potensial sakrashi ko'rish mumkin.

Birinchi ekvivalentlik nuqtasigacha



$$\text{va } E = 0,15 + \frac{\theta}{2} \lg \frac{[\text{Sn}^{4+}]}{[\text{Sn}^{2+}]^3} \quad (1.10)$$

undan keyin ikkinchi ekvivalentlik nuqtasigacha



$$\text{va } E = 0,771 + \theta \lg \frac{[\text{Fe}^{3+}]}{[\text{Fe}^{2+}]^6}; \quad (1.11)$$

ikkinchi ekvivalentlik nuqtasidan keyin esa



$$\text{va } E = 1,33 + \frac{\theta}{6} \lg \frac{[\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}][\text{H}^+]^{14}}{[\text{Cr}^{3+}]^2} \quad (1.12)$$

reaksiyalar sodir bo'lib, ular yuqoridagi tartibda potentsiallar o'zgarishini ta'minlaydi. $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ qaytar bo'lib, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}, \text{H}^+/\text{Cr}^{3+}$ va

Sn^{4+}/Sn^{2+} juftlari qaytmas bo'lsa-da, issiq eritma titrlanganda titrlashning oxirgi nuqtasida yorqin ifodalangan potensial sakrashlari ko'riladi. Shuning uchun ham titrlashni issiq eritmada o'tkazish tavsiya qilinadi.

Temir (III) ionini kompleksimetrik aniqlash trilon *B* bilan ichki kompleks birikma hosil qilishga asoslangan. Titrlash davomida platina elektrodining potentsiali o'zgarishini ta'minlash uchun eritmada oksidlanish-qaytarilish jufti bo'lishi kerak. Oksred juftni hosil qilish uchun eritmaga Mor tuzining 1 % li eritmasidan oz miqdorda qo'shiladi. Titrlash davomida temir (III) ionining kompleksga bog'lanishi tufayli potensial asta-sekin kamaya boradi, t.o.n. da $[Fe^{3+}]/[Fe^{2+}]$ nisbatning keskin kamayishi natijasida potensial ham keskin tushadi. Ekvivalentlik nuqtasigacha potensialning o'zgarishi



$$K = \frac{[FeY][H^+]^2}{[Fe^{3+}][H_2Y^{2-}]}; \quad (1.13)$$

$$Fe^{3+} + e \leftrightarrow Fe^{2+}; \quad E = E_{o,1} + \theta \lg \frac{[Fe^{3+}]}{[Fe^{2+}]} \quad (1.14)$$

ekvivalentlik nuqtasidan so'ng



$$E = E_{o,2} + \theta \lg \frac{[FeY][H^+]^2}{[Fe^{2+}][H_2Y^{2-}]} \quad (1.15)$$

formula bilan ifodalanadi. Agar (1.15) tenglamaga $[Fe^{2+}]$ ning qiymati qo'yilsa,

$$E = E_{o,1} + \theta \lg K + \theta \lg \frac{[FeY][H^+]^2}{[Fe^{3+}][H_2Y^{2-}]} \quad (1.16)$$

hosil bo'ladi. *K* qiymat katta bo'lganligi uchun ΔE qiymat ham katta bo'ladi va bu potensial sakrashining katta bo'lishini ta'minlaydi. *FeY* ning muvozanatdagi konsentratsiyasi $[H^+]$ qiymatiga bog'liq bo'lganligi uchun va $[H^+]$ qiymat H_2Y^{2-} ning tarkibidagi vodorod ioni metall ioniga almashishi tufayli ortib borgani uchun eritmada bufer sistema yaratish kerak.

Kislota-asosli titrlash. Ishni bajarish tartibi. Titrlash stakaniga darajalangan pipetka yordamida 2–5 yoki 10 ml tarkibida

tekshiriladigan temir (III) bo'lgan eritma o'lchab solinadi. Eritmaning umumiy hajmi 20 ml bo'lguncha tegishli erituvchi qo'shiladi. Eritmaga elektrodlar tushirilib, unga magnitli aralashtirgichning o'zagi kiritiladi va magnitli aralashtirgich elektr manbaiga ulanadi. Aylanayotgan o'zak elektrodلarga tegmasligi kerak. Aylanish tezligi shunday tanlanishi kerakki, eritma atrofga sachramasin va voronka hosil bo'lmasin. Aralashtirgichning o'rtacha tezligida byuretkadagi ishqorning standart eritmasidan har 30–40 sek oralig'ida 1 ml dan qo'shib eritma titrlanadi. Suvli eritmada titrlaganda bitta sakrash kuzatiladi, undan keyin yana 4–5 nuqta olinguncha titrlash davom ettiriladi. Potensial sakrashi sohasida titrlash tomchilab o'tkazilsa, aniq natijalar olish mumkin. Suvsiz eritmalarda titrlash uchun ishqorning etanoldagi eritmasini ishlatish tavsiya qilinadi. Bunda erituvchining pK_a qiymatiga mos ravishda 2 yoki 3 ta sakrash kuzatiladi. Titrlash natijalari titrlash qaydnomasi shaklida yozib boriladi. 5–9 parallel titrlash bajariladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Titrlash natijalari (1.6) formula yordamida hisoblanadi.

Oksredmetrik titrlash. Ishni bajarish tartibi. Titrlash stakaniga darajalangan pipetka yordamida 2–5 yoki 10 ml tarkibida tekshiriladigan temir (III) bo'lgan eritma o'lchab solinadi. Eritmaning umumiy hajmi 15 ml bo'lguncha suyultirilgan (1:1) xlorid kislota eritmasi qo'shiladi va aralashma qaynaguncha qizdiriladi. Temir (III) xloridning qizil-qo'ng'ir kompleksi to'liq rangsizlanguncha aralashmaga qalay (II) xloridning eritmasi tomchilatiladi. Eritma rangsizlangandan so'ng, yana biroz $SnCl_2$ eritmasi qo'shish yaxshi natijalar beradi. Issiq (60–70 °C) eritmaga elektrodلar tushirilib, unga magnitli aralashtirgichning o'zagi kiritiladi va magnitli aralashtirgich elektr manbaiga ulanadi. Aylanayotgan o'zak elektrodلarga tegmasligi, uning atrofida voronka hosil bo'lmasligiga e'tibor berib, aralashtirgichning o'rtacha tezlikda byuretkadagi kaliy dixromatning standart eritmasidan har 30–40 sek da 1 ml dan qo'shib tekshiriladigan aralashma titrlanadi. Titrlash egri chizig'ida avval ortiqcha miqdor qalay (II) ionining, so'ngra temir (II) ionining titrlanish sakrashlari kuzatiladi. Eritmaga qalay (II) xlorid tomchilab qo'shilgan va ortiqcha miqdor qo'shilmagan bo'lsa, titrlash dastlab titrant tomchilatib, birinchi sakrashdan so'ng esa millilitrlab qo'shiladi. Agar qalay (II) xlorid ortiqcha miqdor qo'shilgan bo'lsa, titrlashning boshidan titrantni millilitrlab qo'shish

mumkin. Potensial sakrashi sohasida titrlashni tomchilab o'tkazish tavsiya qilinadi. Titrlash natijalari qaydnoma shaklida yozib boriladi va 5–9 parallel titrlash bajariladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Titrlash natijalari quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$x = \frac{55,85 N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} (V'' - V') V_x}{1000 V_x} \quad (1.17)$$

bu yerda, V' – titrantning qalay (II) ionining titrlanishi bilan bog'liq bo'lgan birinchi sakrashga to'g'ri keladigan hajmi, ml; V'' – titrantning temir (II) ionining titrlanishi bilan bog'liq bo'lgan ikkinchi sakrashga to'g'ri keladigan hajmi, ml.

Kompleksimetrik titrlash. Ishni bajarish tartibi. 100 ml hajmli titrlash stakaniga darajalangan pipetka yordamida 2–5 yoki 10 ml tarkibida tekshiriladigan temir (III) bo'lgan eritma o'lchab solinadi. Eritma 25 ml suv bilan suyultiriladi. So'ngra temir (III) xloridning gidrolizlanishi natijasida to'q sariq rang hosil bo'lguncha eritmaga ammoniy atsetatning 10 % li eritmasidan tomiziladi. Shundan keyin oksred juftni hosil qilish uchun eritmaga yangi tayyorlangan, tarkibida temir (III) bo'lmagan 1 % li Mor tuzi eritmasidan 1–2 tomchi tomiziladi, eritmaga elektrodlar tushirilib, unga magnitli aralashtirgichning o'zagi kiritiladi va magnitli aralashtirgich elektr manbaiga ulanadi. Aylanayotgan o'zak elektrodarga tegmasligi, uning atrofida voronka hosil bo'lmasligiga e'tibor berib, aralashtirgichning o'rtacha tezligida byuretkadagi kompleksonning standart eritmasidan har 40–50 sek oralig'ida 1 ml dan qo'shib eritma titrlanadi. Potensial sakrashi sohasida titrlashni tomchilab yoki titrantni 0,02 ml dan qo'shib o'tkazish tavsiya qilinadi. Titrlash natijalari titrlash qaydnomasi shaklida yozib boriladi. 5–9 parallel titrlash bajariladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Titrlash natijalari (1.6) formula yordamida hisoblanadi.

1.11. Rux ionini cho'ktirish usuli yordamida aniqlash

Ruxni aniqlash cho'ktirish reaksiyasiga asoslangan bo'lib, kislotali muhitda $K_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ yordamida titrlanadi. Bunda quyidagi reaksiya bo'lib o'tadi:





Titrlash jarayonida EYUK ning o'zgarishini ta'minlash uchun titrlanadigan eritmaga oz miqdorda $K_3[Fe(CN)_6]$ qo'shiladi, buning natijasida redoks juft hosil bo'ladi. Potensialning o'zgarishi ferrosianid va ferrosianid ionlari aktivliklari nisbatining titrlash davomida o'zgarishi bilan tushuntiriladi. Cho'kma hosil bo'la boshlagach, $[Fe(CN)_6]^{4-}$ ionining konsentratsiyasi $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$ cho'kmaning eruvchanlik ko'paytmasi bilan ifodalanadi:

$$\begin{aligned} E &= E_{\frac{[Fe(CN)_6]^{3-}}{[Fe(CN)_6]^{4-}}} + 0,059 \lg \frac{[Fe(CN)_6]^{3-}}{[Fe(CN)_6]^{4-}} = \\ &= 0,356 + 0,059 \lg \frac{[Fe(CN)_6]^{3-}}{\sqrt{\frac{K_s}{[K^+]^2[Zn^{2+}]^3}}} \end{aligned} \quad (1.18)$$

Ishni bajarish tartibi. Titrlash stakaniga tekshiriladigan 0,1 M konsentratsiyali rux atsetat eritmasidan taxminan 5 ml solinadi. Eritmaning hajmi 20 ml ga yetkazilib, unga 0,3 ml 0,1 M $K_3[Fe(CN)_6]$ va 5,0 ml 0,5 N sulfat kislota eritmaları qo'shiladi. Stakanga elektrodlar, o'zak tushirilib, titrlash boshlanadi. Titrlashni boshlashdan avval eritmaning EYUK o'lchanadi. So'ngra byuretkadan titrant avval 1 ml dan, ekvivalentlik nuqta yaqinida tomchilatib qo'shiladi. Har bir qism titrant qo'shilgandan keyin eritmaning muvozanat potentsiali 1-jadval shaklida qayd qilinadi. 1-jadvalga kiritilgan qiymatlar yordamida titrlash egri chizig'i tuzilib, undan titrantning ekvivalentlik nuqtasiga to'g'ri keladigan hajmi topiladi.

Analiz natijalarini hisoblash formula yordamida amalga oshiriladi.

$$x = \frac{N_{K_3[Fe(CN)_6]} \cdot V_{K_3[Fe(CN)_6]} \cdot 3 \cdot V_a}{1000 \cdot V_s} \quad (1.19)$$

bu yerda, E_{zn} - rux atsetat ekvivalentining molyar massasi — $Zn(CH_3COO)_2$ uchun 91,73 va $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ uchun 109,74 ga teng.

II BOB

2. KONDUKTOMETRIYA

Konduktometrik usullar eritmalarning elektr o'tkazuvchanligini o'lchashga asoslangan. Konduktometriya usullari past va yuqori chastotali, kontaktli (elektrodlar eritmaga tushiriladigan) va kontaktsiz (elektrodlar eritmadan tashqarida bo'ladigan), bevosita va bilvosita usullarga bo'linadi. Kontaktsiz usullarda suyuqlikning sathi yuqorigi halqa yoki o'ramdan 3–4 mm balandroq turishi kerak.

Konduktometriya amaliyotida, ko'pincha, eritmalarning elektr o'tkazuvchanligi emas, balki qarshiligi o'lchanadi. Eritmalarning qarshiligini o'lchash uchun platina elektrodlaridan iborat bo'lgan elektrolitik bo'g'in ishlatiladi. Ko'pincha elektrodlar plastinka shaklida bo'lib, bir-biriga nisbatan muayyan masofada (odatda 1 sm) parallel joylashtiriladi. Platina elektrodleri orasidagi elektrolitning qarshiligi

$$R = \frac{\rho l}{S} \quad (2.1)$$

tenglama bilan ifodalanib, ular orasidagi masofa (l) qancha katta va elektrodlerining sirt yuzalari (S) qancha kichik bo'lsa, qarshilik shuncha katta bo'ladi va aksincha.

Bevosita konduktometriya usulida solishtirma elektr o'tkazuvchanlik o'lchanadi, bu qiymat solishtirma qarshilikka teskari proporsionaldir:

$$\kappa = 1/r \quad (2.2)$$

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlik asosida ekvivalent (molekular) elektr o'tkazuvchanlik aniqlanadi va bu qiymat yordamida kislota va asoslarning dissotsiatsiya darajalari va konstantalari hisoblanadi.

Ekvivalent elektr o'tkazuvchanligi bilan konsentratsiya orasidagi bog'liqlik yordamida eritmani cheksiz suyultirgandagi ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik topiladi. Buning uchun tegishli grafik $c=0$ konsentratsiyaga ekstrapolyatsiya qilinadi. Cheksiz suyultirgandagi ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik ionlarning harakatchanligi (λ_+ va λ_-) yordamida aniqlanishi mumkin: $\lambda = \lambda_+ + \lambda_-$.

*Bilvosita konduktometriya*da titrlashning oxirgi nuqtasi topiladi. Bu usul konduktometrik titrlash deb yuritiladi. *Konduktometrik titrlash*da bo'g'inning doimiysi ($\varphi = \kappa R$) aniqlanishi shart emas.

2.1. Konduktometrik asboblarda ishlash tartibi

Past chastotali konduktometriyada tokning chastotasi o'rtacha 1000 Gs ni tashkil etishi kerak, shunda polyarizatsiya hodisalari deyarli nolga tenglashadi. Polyarizatsiyani kamaytirish uchun elektrodning yuzalari ham oshiriladi. Bunda elektrodning sirti elektrolitik cho'ktirilgan platina bilan qoplanadi. Ana shunda yuza bir necha marta ortadi. Konduktometriyada bevosita qarshilikdan tashqari elektr o'tkazuvchanlik ham o'lchanadi. Titrimetrik analiz uchun 50 Gs chastotada ishlaydigan P-38 markali konduktometrik ko'priklar turidagi asboblardan ham foydalanish mumkin. Shuningdek, P-568, P-577 markali o'zgaruvchan tokli ko'priklar ham ishlatiladi. O'lchashlar uchun P-38 markali ko'priklarda reoxord yordamida galvanometrning ko'rsatishi nolga rostlanadi. P-568 markali ko'priklarda ossillograf ekranida gorizontaal chiziqli hosil qilinadi. P-577 markali ko'priklarda esa o'lchov asbobi shkalasining ko'rsatishi nolga maksimal yaqinlashishi kerak. Buning uchun asbobning sezgirligi oshiriladi va reoxord yordamida qarshilik o'zgartirilib, nolga maksimal yaqinlashishga erishiladi. KEL-1M va shunga o'xshash konduktometrlarda bevosita elektr o'tkazuvchanlik o'lchanadi. Asbob $10 \cdot 10^{-7}$ dan to $10 \cdot 10^{-1}$ Sm/m gacha bo'lgan solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni o'lchash imkonini beradi.

KEL-1M asbobini ishga tayyorlash uchun «Pribor» tugmasi bosiladi, bunda asbobning ulanganini ko'rsatuvchi indikator lampasi yonadi. Asbobning ishlash qobiliyatini tekshirish uchun «Kalibrovka» tugmasi va o'lchash oraliqlariga to'g'ri keladigan tugmachalardan biri bosiladi. So'ngra «Kalibrovka» dastasi yordamida ko'rsatish asbobining strelkasi 80 ga o'rnatiladi. Shu tarzda barcha o'lchash oraliqlari tekshirib chiqiladi. Barqaror qiymatli natijalar olish uchun asbobda o'lchash uni elektr manbasiga ulagandan 15–20 daqiqa o'tgach amalga oshirilishi kerak.

Elektr o'tkazuvchanlikni o'lchash uchun elektrolitik bo'g'in asboblarga ulanadi va distillangan suv bilan yuviladi. So'ngra tekshiriladigan eritmadan elektrodlar botguncha solinadi va oldin o'lchash oraliqlaridan eng yuqorigisining tugmachasi, keyin esa «Kalibrovka» tugmasi bosiladi. Agar «Kalibrovka» tugmasi qayta bosilganda asbobning strelkasi o'zgarmasa, ketma-ket boshqa oraliqlar tugmachalari bosiladi va strelkaning shkalada $\frac{2}{3}$ qismiga siljishiga erishiladi. Shunday holatda asbob darajalanadi va o'lchangan natija olinadi.

2.2. Kuchli kislota yoki ishqorni aniqlash

Kuchli kislota aniqlash ishqorning, ishqorni aniqlash kuchli kislota standart eritmasi bilan titrlashga asoslangan, bunda V simon titrlash egri chiziqlari hosil bo'ladi.

Ishni bajarish tartibi. Elektrolitik bo'g'inga 2–5 ml tekshiriladigan kislota yoki ishqor eritmasidan solinadi. Eritmaning sathi elektrodlar ustini qoplaguncha distillangan suv quyiladi. Eritmaga magnitli aralashtirgichning o'zagi tushirilib, aralashtirgich tokka ulanadi. Aralashtirish mobaynida voronka hosil bo'lmasin. Byuretkadagi titrantdan 0,5–1 ml qo'shiladi. Titrantni qo'shgandan keyin 30–40 sek o'tgach, magnitli aralashtirgich aylanishdan to'xtatiladi. Eritma tinchigach, o'lchov asbobi tegishli muvozanatga keltiriladi. (Agar titrlash reoxord ko'prigi yordamida bajarilayotgan bo'lsa, uning galvanometri nolni ko'rsatishi kerak. Agar titrlash P-577 asbobida bajarilayotgan bo'lsa, uning strelkasi nolga maksimal yaqinlashishi lozim. Titrlash uchun P-568 asbobi ishlatilayotgan bo'lsa, uning ossillografi ekranidagi halqa gorizontaal chiziqqa aylanishi kerak). Qarshilikning qiymatini yozib olgandan so'ng titrantni yuqoridagicha miqdorlarda qo'shib titrlash davom ettiriladi. Titrlash qarshilik kamaya boshlagandan keyin yana 4–5 nuqta olinguncha davom ettiriladi. Titrlash qaydnomasiga (2.1-jadval) kiritilgan qarshilik

qiymatlari asosida elektr o'tkazuvchanlik ($W = \frac{1}{R}$) hisoblanadi. W qiymatlarining qo'shilgan titrant hajmiga bog'liqlik chizmasi (titrlash egri chizig'i) tuziladi va uning yordamida ekvivalentlik nuqtasiga to'g'ri keladigan titrantning hajmi topiladi.

2.1-jadval

Konduktometrik titrlash qaydnomasi

Titrantning hajmi, ml	Eritmaning qarshiligi, R, om				Elektr o'tkazuvchanlik, W, om ⁻¹			
	1	2	3	4	1	2	3	4

Analiz natijalarini hisoblash (1.6) formula yordamida amalga oshiriladi va olingan natijalar 2.1-jadvalga kiritiladi.

2.3. Kuchsiz kislota aniqlash

Kuchsiz kislota kuchli ishqor eritmasi bilan, kuchsiz asos kuchli kislota eritmasi bilan titrlanishi mumkin. Bunda kislota yoki asosning konsentratsiyasiga bog'liq ravishda titrlash egri chizig'ining ko'rinishi har xil bo'ladi. Masalan, sirka kislota eritmasini titrlash qarab chiqilsa, konsentratsiyasi 10^{-1} - 10^{-2} M eritmalarni 0,1 M kaliy yoki natriy ishqori eritmasi bilan titrlaganda teskari L-simon, 10^{-3} - 10^{-4} M eritmalarni titrlaganda V-simon, biroq boshlanishi qiyshiq, 10^{-4} M dan kichik konsentratsiyali eritmalarni titrlaganda yaxshi ifodalangan V-simon titrlash egri chizig'i kuzatiladi. Analitik maqsadlarda ko'pchilik hollarda 10^{-1} - 10^{-3} M konsentratsiyali eritmalar qo'llaniladi. Tavsiya qilinayotgan ushbu uslubiyat kuchli kislota yoki ishqorlarni aniqlashda ham foydalanilishi mumkin, bunda yaqqol ifodalangan V-simon titrlash egri chizig'i yuzaga keladi.

Ishni bajarish tartibi. Elektrolitik bo'g'inga hajmi 2–5 ml bo'lgan tekshiriladigan kislota taxminan 0,1 M eritmasidan solinadi. Eritmaning sathi elektrodlar ustini qoplaguncha distillangan suv qo'shib, unga magnitli aralashtirgichning o'zagi tushiriladi va aralashtirgich elektr manbaiga ulanadi. Aralashtirish o'zakning shunday tezligida amalga oshirilishi kerakki, voronka hosil bo'lmasin va elektrodlar ochilib qolmasin. Byuretkadagi titrant eritmasidan har 30–40 sek da 0,5–1,0 ml qo'shib titrlanadi. 30–40 sek o'tgandan so'ng aralashtirish to'xtatiladi va eritma tingandan keyin ko'prik tegishli dastachalar yordamida muvozanatga keltirilib (reoxord ko'prigida galvanometr nolga keltiriladi; R-577 o'zgaruvchan tok ko'prigida yetarli sezgirlik o'rnatilgandan so'ng o'lchov asbobi strelkasining nolga maksimal yaqinlashishiga; R-568 ko'prigida ossillograf ekranidagi ellipssimon halqaning gorizontaal chiziqqa aylanishiga erishiladi), qarshilikning qiymati yozib olinadi. Titrlashning boshida konsentratsiyasi $\sim 0,1$ M eritmalar uchun qarshilik oz-ozdan kamayib boradi (kuchli elektrolitlar titrlanganda keskin ortadi), ekvivalent nuqtadan keyin esa qarshilik keskin kamayadi. Qarshilikning keskin kamayishi boshlangandan so'ng 4–5 nuqta olguncha titrlash davom ettiriladi. Titrlash bayonnomasi (2.1-jadval)ga kiritilgan qarshilikning qiymatlari asosida uning teskari qiymatlari hisoblanadi va jadvalga kiritiladi.

So'ngra W qiymatning qo'shilgan titrant hajmiga bog'liqlik chizmasi tuziladi va hosil bo'lgan titrlash egri chizig'i asosida titrantning ekvivalentlik nuqtasiga to'g'ri keladigan hajmi topiladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Titrlash natijalari (1.6) formula yordamida hisoblanadi.

2.4. Kuchli ishqor va kuchsiz asos aralashmasini aniqlash

Kuchli ishqor va kuchsiz asoslar aralashmalarini titrimetrik usulda konduktometrik aniqlash mumkin. Aralashmalarni bir eritmadan alohida ekvivalentlik nuqtalariga ega bo'lgan egri chiziq hosil qilib titrlash usuli *tabaqalab titrlash* deyiladi. Xuddi shu tarzda kuchli va kuchsiz kislotalar aralashmalari ham titrlanib aniqlanadi. Kuchli va kuchsiz asoslar aralashmalari kuchli kislotalarning, kuchli va kuchsiz kislotalarning aralashmalari ishqorlarning eritmaları yordamida titrlanadi. Kuchli elektrolit titrlanganda titrlashning boshlanishi bilan qarshilik (elektr o'tkazuvchanlik) keskin orta (kamaya) boshlaydi. Kuchli elektrolit titrlanib bo'lgandan so'ng kuchsiz elektrolitning titrlanishi davomida qarshilik (elektr o'tkazuvchanlik) sekin-asta kamaya (orta) boradi, kuchsiz elektrolit titrlanib bo'lgandan keyin esa qarshilik (elektr o'tkazuvchanlik) keskin kamaya (orta) boradi. Elektr o'tkazuvchanlikning keskin ortishi boshlangandan keyin yana 4–5 nuqta olish tavsiya qilinadi. Demak, birinchi keskin burilish ekvivalentlik nuqtasi (e.n.) ishqorning (kuchli kislota), ikkinchi keskin burilish (e.n.) kuchsiz asosning (kuchsiz kislota) titrlanishiga to'g'ri keladi.

Ishni bajarish tartibi. Elektrolitik bo'g'inga 2–5 ml tekshiriladigan aralashmaning taxminan 0,1 M eritmasi solinadi. Titrlash yuqoridagi 2.1-jadvalda ko'rsatilganday bajariladi. Titrlash ikkinchi keskin burilishdan so'ng yana 4–5 nuqta olingunga qadar davom ettiriladi. Titrlash natijalari 2.1-jadval shaklida rasmiylashtiriladi. Titrlash qaydnomasidagi qiymatlar bo'yicha W - V bog'liqlikning chizmasi tuziladi. Unda ikkita sinish (burilish) nuqtasi bo'ladi. Egri chiziq asosida titrantning har bir ekvivalentlik nuqtasiga to'g'ri keladigan hajmi topiladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Titrlash natijalari quyidagi formulalar yordamida hisoblanadi:

$$x_1 = \frac{\mathfrak{D}_1 N_o V_o V_k}{1000 V_a} \quad (2.3)$$

$$x_2 = \frac{\mathfrak{D}_2 N_o (V'_o - V_o) V_k}{1000 V_a} \quad (2.4)$$

bu yerda, $\mathfrak{D}_1$ va $\mathfrak{D}_2$ – mos ravishda birinchi va ikkinchi moddalar ekvivalentlarining molyar massalari. Qolgan belgilashlar yuqoridagilarga mos keladi.

2.5. Yuqori chastotali konduktometriyada xarakteristik chiziqlarni tuzish

Xarakteristik egri chiziqlar yordamida yuqori chastotali titrlash egri chiziqlarining shaklini aniqlash, shu asosda titrlash uchun konsentratsiya tanlash mumkin. Odatda, bu usul egri chiziqlari V-simon, teskari V-simon, N-simon va M-simon shakllarda bo'ladi. Ularning qay shaklda bo'lishi titrlanayotgan modda va titrantning konsentratsiyalariga, harorat va boshqa omillarga bog'liq. Konsentratsiya past bo'lganda V-simon titrlash egri chiziqlari hosil bo'ladi va, aksincha, yuqoriroq konsentratsiyalarda N-simondan tortib teskari V-simon shakllargacha titrlash egri chiziqlari kuzatiladi. Titrlash egri chiziqlari shaklining aniqlanadigan birikmaga bog'liqligi har xil moddalar uchun turlichadir. Binobarin, har bir konkret modda uchun alohida xarakteristik egri chiziq tuziladi va tegishli xulosalar qilinadi.

Xarakteristik egri chiziqlar tuzishning ikkita usuli mavjud. Birinchi usulda, dastavval, aniqlanadigan moddaning turli xil konsentratsiyali eritmalari tayyorlanadi. So'ngra har bir eritmaning o'tkazuvchanligi o'lchanadi. O'tkazuvchanlik konsentratsiyaga bog'liq bo'lganligi uchun bu bog'liqlikni chizma shaklida ifodalash mumkin. Bunday chizma *xarakteristik egri chiziq* deb yuritiladi. Shunday bog'liqlikni chizish bilan tegishli xulosa qilish mumkin. Biroq bu usul ko'p mehnat va vaqt talab etadi. Ikkinchi usulda muayyan konsentratsiyali eritmaning o'tkazuvchanligi o'lchanadi va shu eritma ketma-ket suyultirilib xarakteristik egri chiziq tuziladi. Quyida ikkinchi usul yordamida sulfat kislota eritmasining xarakteristik egri chizig'ini tuzishni ko'ramiz.

Ishni bajarish tartibi. Bo'g'inga yuqorigi elektrod (halqa) dan 3–5 mm balandroq qilib 0,1 N sulfat kislota eritmasi quyiladi. Buning uchun 100 ml hajmga ega bo'lgan byuretkadan foydalanish qulay. Asbobning ko'rsatishi qayd qilinadi, shundan keyin bo'g'indagi eritmadan pipetka yordamida 15–20 ml olinadi va bo'g'inga shuncha hajm distillangan suv quyiladi. Eritma yaxshilab aralashtiriladi va asbobning ko'rsatishi yana qayd qilinadi. Shu tarzda eritmani suyultirib o'tkazuvchanlikni o'lchash asbobining sezgirlik chegarasiga yetganligiga ishonch hosil qilguncha davom ettiriladi.

Agar bo'g'inda 50 ml eritma bo'lsa, suyultirish koeffitsienti

$$k = \frac{15}{50} = 0,3 \text{ bo'ladi (bu yerda, 15 pipetka yordamida olingan}$$

eritmaning hajmi). Eritmaning birinchi suyultirishdan keyingi konsentratsiyasi $c = 1(1 - 0,3) = 0,7$ N bo'ladi. Umuman, k istalgandek o'zgartirilishi mumkin, agar u kichik bo'lsa, eritma konsentratsiyasi sekin o'zgaradi va aksincha. Har bir suyultirish uchun konsentratsiya $c = c_0(1 - k)$ formula yordamida topiladi. (bu yerda, c_0 – eritmaning dastlabki konsentratsiyasi; har bir suyultirishdan keyin hosil bo'lgan qiymat c deb olinadi).

Olingan natijalar asosida xarakteristik egri chiziq tuziladi. Agar konsentratsiya bir necha tartibga farq qiladigan bo'lsa, n -lgc bog'liqligi tuziladi. Ko'pincha n -c bog'liqlik yaxshi ifodalangan bo'ladi.

Shu tartibda titrant va reaksiya mahsuloti uchun xarakteristik egri chiziqlar tuziladi. Agar ular fazoviy koordinatada ifodalansa, titrlash egri chiziqlarining shakli aniqlanadi.

2.6. Sulfat kislotani aniqlash

Sulfat kislotani yuqori chastotali usulda aniqlash, ishqor eritmasi yordamida titrlashga asoslaniladi.

Ishni bajarish tartibi. Titrlash bo'g'iniga 5 ml $\approx 0,1$ N sulfat kislotaning eritmasi quyiladi. Suv eritmaning sathi bo'g'inining yuqorigi halqasidan 3–5 mm baland bo'lgunicha quyiladi. Idishga aralashtirgichning o'zagi tushiriladi va magnitli aralashtirgich ulanadi. Aralashtirish tezligi shunday tanlanadiki, voronka hosil bo'lmasin. O'lchov asbobining strelkasi «Grubo», «Tochno»

tumblerlari yordamida shkalaning chap tomonidagi 5–10 bo'lgan qiymatlariga keltirilishi kerak. Bo'g'indagi eritma 0,1 N ishqor eritmasi yordamida titrlanadi. Dastlabki titrlashda titrant har 30–40 sek da 1 ml dan, keyingi titrlashlarda 0,2 ml dan yoki tomchilab qo'shib titrlanadi. Titrantning har bir ulushi qo'shilgandan so'ng muvozanat o'rnatilganda asbobning ko'rsatishi laboratoriya jurnaliga titrlash qaydnomasi shaklida yozib olinadi.

Agar asbobning tanlangan sezgirligida shkala kamlik qilsa, u «Grubo» va «Tochno» tumblerlari yordamida o'zgartiriladi. Bunda keyingi qo'yilgan qiymat o'zgartirishdan oldingisiga teng deb olinadi. Masalan, strelka 95 dan 5 ga keltirilgan bo'lsa, 5 raqami 95 deb, 10 raqami 100 deb olinadi.

Titrlash natijalari asosida egri chiziq tuziladi.

Analiz natijalarini hisoblash va ularni statistik ishlash, jadvalga yozish yuqoridagilarday amalga oshiriladi.

2.7. Kuchsiz asoslarni aniqlash

Kuchsiz asoslarini kuchli kislotalar yordamida yuqori chastotali titrlab aniqlash mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Titrlash bo'g'iniga aniqlanadigan asos eritmasidan 2–5 ml quyib, eritma yuqoridagi tartibda suyultiriladi va 0,1 N HCl eritmasi yordamida titrlanadi. Titrlash egri chiziqlari tuzilib, ular yordamida oxirgi nuqtagacha sarflangan titrantning hajmi asosida analiz natijalari hisoblanadi.

Ushbu uslubiyat yordamida kuchsiz kislotalarni ham ishqorlar yordamida titrlab aniqlash mumkin.

2.8. Bariyni aniqlash

Bariyni aniqlash uni sulfat kislota eritmasi bilan titrlashga asoslangan. Bu usul yordamida sulfatlar ham aniqlanadi. Buning uchun sulfatlar eritmasi mo'l va ma'lum miqdor bariy tuzi eritmasi bilan ishlanadi, bariyning ortiqchasi sulfat kislota eritmasi bilan titrlanadi.

Ishni bajarish tartibi. Titrlash bo'g'iniga 2–5 ml bariy tuzi eritmasidan quyib, eritma oldingi ishlarda ko'rsatilgandek

suyultiriladi va sulfat kislotaning 0,05 N eritmasi yordamida titrlanadi. Titrlash 70–80 °C haroratda bajariladi. Buning uchun magnitli aralashtirgichning isitish sistemasi ulanib, eritmaga termometr tushiriladi. Eritma tegishli haroratgacha isitilgandan keyin titrlash boshlanadi. Imkoni boricha yirik kristallar hosil qilish uchun titrant — cho'ktiruvchi 0,2–0,5 ml dan tomchilatib qo'shiladi. Kerakli 0,2–0,5 ml titrant qo'shilgandan keyin asbob strelkasining muvozanatga kelishi kutiladi. Muvozanatga kelgan strelka ko'rsatishi yozib olinadi va titrantning navbatdagi qismi tomchilab qo'shiladi. Asbobning ko'rsatishi har gal titrlash qaydnomasiga yozib boriladi. Olingan natijalar bo'yicha titrlash egri chizig'i chiziladi.

Analiz natijalarini hisoblash yuqoridagi (1.6) formula yordamida amalga oshiriladi.

2.9. Xlorid, chumoli kislotasi va sirka kislotalar aralashmasini aniqlash

Kuchli va kuchsiz kislotalar aralashmasini aniqlash past chastotali konduktometrik usul yordamida bajarilishi mumkin. Kislotalar aralashmasi izopropanol yoki n-propanol eritmasida ishqor yoki alkogolatlar eritmasi bilan titrlanadi. Bu spirtlar tabaqalovchi erituvchilar qatoriga kiradi, ularning avtoprotoliz konstantalari ko'rsatkichi mos ravishda 20,80 va 19,46 ga teng. Spirtlar eritmasida birinchi bo'lib HCl, ikkinchi bo'lib HCOOH va nihoyat oxirida CH₃COOH titrlanadi. Bunday titrlash tartibini kislotalarning pK qiymatlari yordamida tushuntirish mumkin. 2.2-jadvalda kislotalarning ayrim erituvchilardagi pK qiymatlari keltirilgan.

2.2-jadval

Kislotalarning suvdagi va ayrim suvsiz erituvchilardagi (25 °C) pK_a qiymatlari

Kislota	Suv	Etanol	Siklogeksanol	Atseton	Ammlak
HCl	-	...	...	4	2,89
HCOOH	3,75	9,15	9,02	...	...
CH ₃ COOH	4,76	10,32	10,68	...	4,11

2.2-jadvaldan ko'rinadiki, kislotalarning kuchi ular erigan erituvchilarning tabiatiga bog'liq.

Ishni bajarish tartibi. Elektrolitik bo'g'inga tekshiriladigan kislotalar aralashmasi eritmasidan 2–5 ml quyib, elektrodlar botguncha tegishli erituvchi qo'shiladi. Aralashtirgich o'zagini eritmaga tushirib, magnitli aralashtirgich elektrga ulanadi. Mikrobyuretkadagi 0,1 M titrant eritmasidan 0,1–0,2 ml dan qo'shib aralashma titrlanadi. Titrant (kaliy yoki natriy izopropilati yoki propilati) qismlarini qo'shish orasidagi vaqt 45–60 sek. Titrlash jarayonida elektr o'tkazuvchanlik laboratoriya jurnalida qaydnoma shaklida yozib boriladi. Qaydnomadagi qiymatlar asosida titrlash egri chizig'i tuziladi.

Titrlash egri chizig'ida uchta keskin burilish nuqtasi bo'ladi. Birinchi bo'lib xlorid kislota titrlanadi, shuning uchun birinchi burilish uning titrlanishiga sarflangan titrantning hajmiga to'g'ri keladi. Ikkinchi burilish HCOOH ning titrlanishi, oxirgi burilish sirka kislotalarining titrlanishiga to'g'ri keladigan titrant hajmini ko'rsatadi.

Analiz natijalarini hisoblash. Kuchli xlorid kislota miqdori (1.6) formula yordamida hisoblanadi. Chumoli kislota va sirka kislotalarining miqdorlari quyidagi formula asosida hisoblanadi:

$$x = \frac{N_B(V_B^* - V_B'')\mathfrak{E}_{HA}}{1000} \frac{V_k}{V_a} \quad (2.5)$$

bu yerda, N_B – titrantning konsentratsiyasi.

V_B^* – titrantning birinchi (sirka kislota uchun ikkinchi) burilishgacha sarflangan hajmi, ml;

V_B'' – titrantning ikkinchi (sirka kislota uchun uchinchi) burilishgacha sarflangan hajmi, ml.

III BOB

3. VOLTAMPEROMETRIYA

Voltamperometriya elektrodning depolyarizatorlar ishtirokida polarizatsiyalanish darajasini o'lchashga asoslangan. Buning uchun tok – EYUK egri chiziqlari tekshiriladi. Bu chiziqlar elektrodalarda sodir bo'ladigan reaksiyalarning konsentratsiya va vaqtga bog'liqligini ko'rsatadi. Voltamperometriya usullariga polyarografiya, amperometriya, xronopotensiometriya, xronoamperometriya va boshqa usullar kiradi. Tomchilovchi va statsionar simob elektrodli ishlatiladigan polyarometrik usul polyarografiya, qattiq elektrodli ishlatiladigan usullar voltamperometriya deb yuritiladi. Polyarografiya tok-kuchlanish egri chizig'i yordamida depolyarizatorning tabiati va miqdorini aniqlash uchun ishlatiladi. Bu usul, bundan tashqari, turli moddalarning fizik-kimyoviy konstantalari, reaksiyalarning sodir bo'lish mexanizmlari va shu singarilarni o'rganishga imkon beradi. Moddalarning tabiatini aniqlash uchun yarim to'liqin potentsiali $E_{1/2}$ xizmat qilsa, miqdorini aniqlash uchun ushbu to'liqinning balandligi (i_d) xizmat qiladi.

Polyarografiyada modda miqdorning o'lchovi sifatida diffuzion tokning qiymati ishlatiladi. Bu qiymat Ilkovich tenglamasi yordamida ifodalanadi:

$$i_d = 605nD^{1/2}m^{2/3}\tau^{1/6} \quad (3.1)$$

bu yerda, D – diffuziya koeffitsienti; n – reaksiyada ishtirok etuvchi elektronlar soni; m – simob tomchisining oqib tushish tezligi; τ – simob tomchisining hosil bo'lish paytidan uzilish paytigacha o'tgan vaqt.

Polyarografiya o'z navbatida klassik doimiy tokli, differensial, impuls, ossillografik, differensial ossillografik, inversion, kvadrat to'liqinli polyarografiya kabi usullarga bo'linadi.

Amperometriya doimiy potentsialda to'yingan diffuzion tokning o'zgarishini o'lchashga asoslangan bo'lib, bu usul yordamida t.o.n. sini topish mumkin. Usulning dastlabki varianti Geyrovskiy tomonidan taklif qilingan bo'lib, unda titrantning har bir hissasi qo'shilgandan keyin eritmaning polyarogrammasi tuzilar, shu tartibda bir necha eksperimental nuqtalar olinar va titrlash egri chizig'i chizilar edi. Amperometrik titrlashning hozirgi ko'rinishi 1938-yilda Mayer

tomonidan taklif etildi. IYUPAK ning tavsiyasiga ko'ra amperometriya ikki usulga bo'linadi: bitta indikator (qutblangan) elektrodli va ikkita indikator (qutblangan) elektrodli amperometrik titrlash. Agar doimiy potentsialdagi diffuzion tok vaqtning funksiyasi sifatida o'lchansa, usul xronoamperometriya deb yuritiladi. Bu usul titrimetrik analizda t.o.n. sini topish uchun ham ishlatilishi mumkin. Bu vaqtda xronoamperometrik titrlash haqida gap ketadi.

Xronopotensiometriya usuli tok ostidagi elektrodning potentsialini vaqt funksiyasi sifatida o'rganishga asoslangan. Bunda xronopotensiogramma tuziladi, xronopotensiogrammada chorak to'lqin potentsiali $E_{1/4}$ sifat va o'tish vaqti $\tau_{1/4}$ depolyarizatorning miqdor xarakteristikasidir. Xronopotensiometriyaning ham qo'llanilish sohasi polyarografiyaning qo'llanilish sohasiga to'g'ri keladi. Biroq bu usul polyarografiyaning ishlatilishi cheklangan vaqtlarda ishlatiladi, chunki bunda asboblarning qimmatligi va uslubiy qiyinchiliklar hisobga olinadi. Usul kinetik va adsorbsion jarayonlarni tekshirish va xronopotensiometrik titrlash uchun ishlatilishi mumkin. Voltamperometriyaning polyarografiya usulida elektrodlar sifatida tomchilaydigan simob (polyarografiya), statsionar simob va boshqa elektrodlar qo'llaniladi.

Simob bilan ishlaydigan xodimlar, asosan, uning uchuvchan bug'lari bilan zaharlanishlari mumkin. Shuning uchun quyidagi qoidalariga rioya qilinishi shart:

1. Simob bilan bajariladigan barcha ishlar maxsus chekkalari baland stollarda (chuqur tagliklarda), shamollatgich ulangan sharoitda bajarilishi kerak. Simobli bo'g'in emallangan yoki plastmassa idishda tutilishi kerak.

2. Ish paytida simobning sirti atmosfera havosi bilan tutashmagan bo'lishiga; simob doimo suyuqlik yoki suv ostida yopiq idishda bo'lishiga e'tibor berish kerak.

3. Ishlatilgan eritmalar va simob maxsus qalin devorli idishlarda saqlanishi kerak. Simobi bo'lgan eritmalarini rakovinaga to'kish qat'iy man qilinadi.

4. To'satdan to'kilib ketgan simob, maxsus amalgamalgan mis plastinkasi yordamida yig'ib olinishi kerak. Shundan keyin simob bilan ifloslangan joy 20 % li temir (III) xloridning eritmasi bilan ishlanadi.

5. Simobning ko'p miqdori alohida po'lat ballonlarda, kamroq miqdori qalin devorli shisha yoki temir idishlarda saqlanishi kerak. Bu idishlar juda zich berkitilishi lozim.

3.1. Voltamperometrik asboblarda ishlash tartibi

*Polyarografiya*da 2 yoki uch elektrodli elektrolitik bo'g'inlar ishlatilishi mumkin. Shu elektrodlardan bittasi tomchilaydigan yoki statsionar (osilib turgan tomchi) simobelektrodidir. Analitik maqsadlarda polyarograflarda tomchilaydigan va statsionar simob elektrodleri ishlatiladi. Simobelektrodlari katod ham, anod ham bo'lib xizmat qilishi mumkin. Statsionar simobelektrodi ko'pincha inversion usulda $1 \cdot 10^{-7}$ mol/l dan kichik konsentratsiyali moddalarni aniqlashda anod sifatida ishlatiladi. Tomchilaydigan simobelektrodini $5 \cdot 10^{-8}$ - $1 \cdot 10^{-7}$ mol/l konsentratsiyalarda ishlatish maqsadga muvofiq (bunda yo'ldosh tarkibiy qismning konsentratsiyasi aniqlanadigan moddanikidan $5 \cdot 10^3$ martadan ziyod bo'lmashligi kerak. Sezuvchanlik kichik bo'lganda usulning ajratish qobiliyatini oshirish uchun statsionar simob tomchisi yig'maydigan rejimda ham ishlatiladi. Amalgama hosil qiladigan kam miqdor moddalarni aniqlash talab etilsa, inversion rejim eritmani aralashtirish bilan bog'lab qo'llaniladi. Bunda muayyan vaqt davomida statsionar simob tomchisida aniqlanadigan modda yig'ib konsentrlanadi.

Katod yoki anod polarizatsiyasi aniqlanadigan va yo'ldosh tarkibiy qismlar polyarogrammalari cho'qqilarining holatiga qarab tanlanadi. Agar katta konsentratsiyali yo'ldosh tarkibiy qismning polyarogrammasi aniqlanadigan moddadan musbatroq potensialda bo'lsa, anod polarizatsiyasini qo'llash qulay. Agar uning polyarogrammasi aniqlanadigan moddadan manfiyroq potensialda kuzatilsa, katod polarizatsiyasini qo'llagan ma'qul. Har doim oldin kichik konsentratsiyali, keyin katta konsentratsiyali tarkibiy qismlarning polyarogrammalarini olish qulaydir.

Polyarograflarda ishlashning umumiy tartibini mamlakatimizda keng tarqalgan PPT-I polyarografi misolida qarab chiqamiz. Bu asosan boshqa tur polyarograflarga ham mos keladi.

Polyarograflarda polarizatsiyaning turi taqsimlash kalitining «+0-» holatini «+» ga, katod polarizatsiyasi esa «-» ga ulash orqali almashtiriladi. Agar kalit nolga ulansa, taqsimlash tegishli potensial qiymatida to'xtaydi. Dastlabki kuchlanishning qiymati va qutbi BPN qismidagi «V» kalit, «mV» reoxord va «+ -» tumbler yordamida o'rnatiladi. Shu va boshqa ko'plab polyarograflarda kuchlanishni taqsimlash qo'lda va avtomatik ravishda amalga oshirilishi mumkin. Taqsimlashni qo'lda ulash uchun «Vkl-Sbros-Avt» kaliti «Vkl»ga, uzish uchun esa «Sbros» ga o'tkaziladi. Taqsimlashni qo'lda amalga

oshirganda «Самозапуск — от капли» tumbleri «ot kapli» holatida bo'lishi kerak.

Taqsimlashni avtomatik ulash ossillografik polyarografiyada, hamda statsionar simob tomchili usulda qo'llaniladi. Bunda kalit «Avt» holatiga qo'yiladi. Taqsimlashni qo'lda yoki avtomatik ulaganda «+0-» kalitning holati «0» da bo'lishi kerak. Tomchilaydigan simob elektrodi ishlatilganda, taqsimlanish tezligi V , simobning tomish davri - t , reaksiyada qatnashayotgan elektronlar soni - n va polyarogramma cho'qqisining yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan o'lchash xatosi - f_o ga mos ravishda tanlanadi. Bu qiymatlar o'zaro quyidagicha bog'langandir:

$$V_{\max} = \frac{100}{n\tau} \text{Arch} \left(1 + \frac{f_o}{2} \right) (\text{mV/s}) \quad (3.2)$$

(1.48) tenglama yordamida hisoblangan tomishning maksimal davrlari qiymatlari 3.1-jadvalda keltirilgan.

3.1-jadval

Tomish davrining maksimal qiymatlari

V ning taqsimlanish tezligi, mV/s	Elektronlar soni		
	1	2	3
	τ_{max}, s		
Nisbiy xato $f_n=1\%$			
1	10	5	3,3
2	5	2,5	1,6
4	2,5	1,25	0,8
5	2	1	
10	1		
Nisbiy xato $f_n=2\%$			
1	14	7	4,6
2	7	3,5	2,3
4	3,5	1,7	1,1
5	2,8	1,4	0,9
10	1,4		

Amalda 3.1-jadvalda keltirilgan qiymatlardan 10-20 % kichik bo'lgan tomish davri qiymatlari olinadi. Tomish davri simobli idishning holatini o'zgartirish orqali boshqarilishi mumkin. Simobli idish qancha baland joylashtirilgan bo'lsa, tomish davri shuncha kichik bo'ladi. Agar turli elektronlar qatnashadigan moddalarni bir xil aniqlik bilan analiz qilish talab etilsa, tomish davri yoki

taqsimlanish tezligini o'zgartirish kerak bo'ladi. Aniqlanadigan moddaning konsentratsiyasi kichik ($\leq 10^{-6}$ mol/l) bo'lganda, usulning ajratish qobiliyatini oshirish uchun tomish davri kattaroq bo'lishi, ya'ni 3.1-jadvaldagi qiymatlar doirasida bo'lishi kerak.

Taqsimlanish tezligi «Skorost, mV/S» kaliti va «x1-x10» tumblari yordamida (BPN) o'rnatiladi.

Chastotasi 85 bo'lgan qutblovchi o'zgaruvchan kuchlanishning shakli polyarogramma olish maqsadiga mos ravishda tanlanadi. Analitik maqsadlarda trapeseidal kuchlanishni tanlash maqsadga muvofiq. Agar elektrod jarayonlarini o'rganish zarurati bo'lsa, sinusoidal kuchlanish tanlanadi. O'zgaruvchan kuchlanishning turi «Forma» tumblari yordamida o'rnatiladi. O'zgaruvchan kuchlanishning amplitudasi 25/n qiymatdan kichik bo'lishi kerak. Analitik maqsadda trapeseidal kuchlanishning amplitudasi 6-12 mV bo'lsa yetarli. Bundan yuqori amplituda qaytmas jarayonlarni tekshirish uchun ishlatiladi. O'zgaruvchan kuchlanishning amplitudasi «Amplituda, mV» kaliti yordamida o'rnatiladi. Klassik polyarografiya rejimida amplitudaning qiymati nolga teng qilib olinadi.

Polyarografning sezuvchanligini belgilaydigan tok qiymati oralig'ini tanlash tekshiriladigan moddaning konsentratsiyasiga bog'liq. Kichik konsentratsiyalar uchun bu oralik kichik qilib olinadi. Tok oralig'ini tanlash tokni qayd qiladigan potentsiometrning shkalasiga ham bog'liq ravishda tanlanadi. Tokning qiymatini yozib oladigan asbob sifatida, masalan, KSP-4 turidagi potentsiometr ishlatilsa, tokning qiymati potentsiometrning shkalasi doirasida bo'lishi kerak. Konsentratsiyalari keskin farqlanadigan moddalarning eritmalarini tekshirganda tok oralig'i polyarogrammalarni tushirish vaqtida o'lchanadi, buning uchun taqsimlash kaliti vaqtincha o'chiriladi. Tok oralig'ini o'rnatish «Diapazon toka» kaliti va tumblari yordamida bajariladi. Tok oralig'i qiymatlarini «x1», «x100» tumblari yordamida boshqarish mumkin. Klassik polyarografiyada, odatda, «x1» holat, o'zgaruvchan tokli polyarografiyada «x100» holat ishlatiladi.

Polyarogramma tushirishning optimal sharoiti, boshqa omillardan tashqari, qarshilikning kichik qiymatlarida kuzatiladi. Buni ta'minlash uchun fon elektrolitlari ishlatiladi.

Polyarogrammaning aniqlik darajasiga qarab tast rejim ishlatilishi mumkin. Tast rejimda moslanish (sinxronizatsiya) simob tomchisining uzilishida ishlaydi. Moslanish eritma qarshiligiga ham

bog'liq. Tomchi ulishidagi moslanishda BKU qismdagi «Sinxronizatsiya» kaliti eng kichik qiymatga o'rnatiladi. Taqsimlanish avtomatik rejimga ulanganda «Sinxronizatsiya» «0» holatda bo'lishi kerak. Odatda polyarogramma tushirilganda tekshiriladigan moddaning qaytarilishi (oksidlanishi) bilan bog'liq bo'lgan jarayondan tashqari qo'sh elektr qatlam tufayli yuzaga keladigan sig'im ham kuzatiladi. Kichik konsentratsiyali moddalar tekshirilganda moddaning diffuzion tokiga ko'ra sig'im tok bir necha marta katta bo'lishi mumkin. Natijada yuzaga keladigan xato «Компенсация емкостного тока» kaliti yordamida bartaraf etiladi.

Polyarografiyada tomchilovchi elektrod sifatida ishlatiladigan simob toza bo'lishi, uning tarkibida mexanik aralashmalar, metallar bo'lmasligi kerak. Simobning sirti oynaday yaltirab turishi kerak. Ishlatilgan simobni tozalab qayta ishlatish mumkin. Simobni mexanik aralashmalardan tozalash uchun u nina bilan teshilgan filtr qog'oz orqali filtrlanadi. Keyin simob distillangan suv bilan qalin devorli ajratish voronkasida yuviladi. Shundan so'ng simob orqali bir necha soat mobaynida havo oqimi so'riladi. Bunda simob tarkibida bo'lgan metallar oksidlanib, loyqa shaklida suv qatlamiga o'tadi. Simob jo'mragiga surkov moylar surtilmagan voronka orqali ajratib toza idishga olinadi. 10 % li nitrat kislota eritmasi bo'lgan nay orqali simobni sekin o'tkazib ham metallardan tozalash mumkin. Buning uchun 5 % li nitrat kislota eritmasi bo'lgan ingichka kolonkadan simob 3-4 marta o'tkaziladi. Kislota eritmasi har safar yangilanib turadi. Kislota orqali o'tkazilgan simob distillangan suv bilan yuvilib, yana yangi kislota qatlamidan o'tkaziladi. Tozalangan simob quruq va toza og'zi zich berkitilgan idishda saqlanadi. Shu tariqa tozalangan simobni ishlatishdan oldin nina bilan teshilgan filtr orqali o'tkazib, undagi yupqa qatlam ajratiladi.

Amperometrik titrlashda turli titratorlar, polyarograf yoki boshqa o'zgarmas tok manbasi negizida yig'ilgan asboblardan foydalaniladi.

Quyida PAT titratorida ishlash tartibi ko'rib chiqiladi. Asbob aylanadigan platina elektrodli qurilmani ishlatishga asoslangan. Platina elektrodi maxsus elektromotorga o'rnatiladi. Tekshiriladigan eritma elektrolitik bo'g'inga joylashtirilib, unga platina va kalomel yoki boshqa elektrodning tuz kaliti tushiriladi. So'ngra elektrodلarga tekshiriladigan moddaning qaytarilish (oksidlanish) sohasiga to'g'ri keladigan potensial beriladi. Bu potensial titrlash davomida o'zgartirilmaydi. So'ngra elektromotor tokka ulanadi va kerakli aylanish tezligi (≈ 500) o'rnatiladi.

Bunda aylanayotgan elektrod atrofida voronka hosil bo'lmashligi va eritma atrofga sachramasligi kerak. Mikrobyuretkadagi titrant 0,1 ml dan 1 ml gacha hajmlarda (aniqlanayotgan moddaning konsentratsiyasiga mos ravishda) qo'shib titrlanadi.

Boshqa tur asboblarda ham titrlash shu asosda amalga oshiriladi.

3.2. Kationlar aralashmasini aniqlash

Polyarografik usul yordamida bir analiz mobaynida bir necha ionni topish va aniqlash mumkin. Ushbu ishda kadmiy, rux, mis (II), nikel, qo'rg'oshin, simob (II) ionlari yoki ular ikki, uchtasining aralashmasi analiz qilib ko'riladi. Analizni bajarish uchun kapillyar, fon elektroliti, uning konsentratsiyasi, tomchining tomish tezligi, kuchlanishning amplitudasi, asbobning sezgirligi, diagramma tasmasining harakatlanish tezligi va boshqa kattaliklar tanlanadi. Sifat analizi uchun tanlangan fon elektroliti muhitida ionlarning yarim to'lqin potentsiallari aniq bo'lishi kerak. Agar tanlangan fon elektroliti uchun yarim to'lqin potentsiallari ma'lumotnomalarda bo'lmasa, ularni aniqlashga to'g'ri keladi. Shuning uchun aniqlanishi kerak bo'lgan moddalarning (kationlar) polyarogrammasi tuziladi va polyarogramma asosida yarim to'lqin potentsiali baholanadi. Mazkur metodika go'sht, sut va boshqa oziq-ovqat mahsulotlaridagi og'ir metallarni aniqlash uchun ham qo'llanilishi mumkin. Buning uchun oziq-ovqat mahsuloti tarkibidagi og'ir metallar nitrat yoki sirka kislotaning konsentrlangan eritmasi bilan 24 soat mobaynida ishlanib, eritmaga o'tkazilishi va to'liq ajratib olinishi shart.

Sifat analizi. Aralashmaning sifat tarkibini topish uchun uning polyarogrammasi tuziladi. Taqqoslash elektrodi sifatida to'yingan kalomel elektrodi qulay, biroq kumush xloridli elektrod ishlatish ham mumkin. Tuzilgan polyarogramma yordamida yarim to'lqin potentsiali topiladi. Bu potentsial berilgan fonga to'g'ri keladigan ma'lumotnomadagi qiymat bilan taqqoslanadi.

Ishni bajarish tartibi. Polyarograf va uning datchigi asbobning yo'riqnomasida ko'rsatilgan tartibda ishga hozirlanadi. 100 ml hajmli darajalangan o'lchov kolbasiga tekshiriladigan ionlar aralashmasi solinadi, unga 20 tomchi 0,5 % li jelatina eritmasi tomiziladi, so'ngra eritma ammiakli bufer aralashma yordamida kolbaning belgisigacha suyultirilib tayyorlanadi. Tayyorlangan eritmadan quruq

elektrolizyorga 30 ml solinib, undagi erigan kislorodni yo'qotish uchun eritmaga 0,5 g quruq natriy sulfit qo'shiladi. 5 daqiqadan so'ng elektrolitik bo'g'in kalomel yoki kumush xloridli elektrod bilan tutashtiriladi. Simob tomchisining tomish tezligi tanlanganidan so'ng (bu amal oldindan qilinib qo'yilgan bo'lishi kerak), bo'g'inga katod potentsiali noldan boshlab beriladi. Bo'g'inga beriladigan potentsialni ulash bilan bir vaqtda oldindan tayyorlab qo'yilgan KSP-4 yoki shunga mos potentsiometrning diagramma tasmasini harakatlantiruvchi mexanizm ulanadi. Agar tekshiriladigan aralashmaga to'rtta ionni ham kiritgan bo'lsak, polyarogrammada shularga mos to'liqlar paydo bo'ladi. Polyarogramma yordamida har bir ionning yarim to'liq potentsiali topiladi. Bu topilgan qiymatlarni quyidagilar bilan taqqoslang: kadmiiy: $E_{1/2}=0,81$ V; nikel: $E_{1/2}=1,09$ V; rux: $E_{1/2}=1,36$ V.

Miqdor analizi. Miqdor aniqlashlari uchun standartlar, qo'shimchalar yoki darajalash chizmasi usullaridan foydalanish mumkin. Agar sifat analizi uchun tuzilgan polyarogrammalardan foydalanishga to'g'ri kelsa, standartlar usulidan foydalanish maqsadga muvofiqdir. Buning uchun har bir ionning kimyoviy toza birikmasidan standart eritma tayyorlanadi va shu standart eritmalarining polyarogrammalari tuzilib, ularning balandliklari aniqlanadi. So'ngra o'lgan balandliklar asosida

$$c_x = \frac{c_s h_x}{h_s} \quad (3.3)$$

formula yordamida (bu yerda, c_x — aniqlanadigan va c_s — standart eritma konsentratsiyalari; h_x — aniqlanadigan va h_s — standart eritma polyarogrammalari balandliklari) har bir kationning konsentratsiyasi aniqlanadi. Miqdor analizida aniqlanadigan va standart eritmalar polyarogrammalari bir xil sharoitda tushirilishi kerakligiga alohida e'tibor beriladi. Darajalash chizmasi usuli ko'p sonli analizlar uchun qo'llanilsa, maqsadga muvofiq, chunki darajalash chizmasi hosil qilish uchun bir necha konsentratsiyali standart eritmalar tayyorlanib, ularning polyarogrammalari olinadi, shu polyarogrammalar asosida darajalash chizmasi tuziladi. Bu esa talay vaqtni oladi.

Ishni bajarish tartibi. Aralashma tarkibiga kirgan kationlarning aniq konsentratsiyali eritmaları (100 ml hajmda 1-5 mg bo'lgan) ularning kimyoviy toza nusxalaridan yuqoridagi tartibda 0,5 % jelatinadan 20 tomchi qo'shilgandan so'ng ammiakli bufer eritma bilan suyultirilib tayyorlanadi. Tayyorlangan eritmalaridan quruq

elektrolitik bo'g'inga 20 ml solinib, unga 0,5 g natriy sulfid qo'shiladi va 5 daqiqadan so'ng tekshiriladigan eritmaning polyarogrammasi tushirilish sharoitida standart eritmaning polyarogrammasi tuziladi. Polyarogrammалarning balandliklari o'lchanadi.

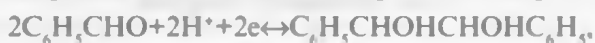
Analiz natijalarini hisoblash. Kationlarning eritmadagi massalari quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$m = \frac{c_o h_x V_t}{h_e} \quad (3.4)$$

bu yerda, V_t — tekshiriladigan eritmaning umumiy hajmi, ml.

3.3. Benzaldegidni aniqlash

Benzaldegid kislotali muhitda oldin gidrobenzoingacha:



keyin (pH ning 2–6 qiymatlarida) benzil spirtigacha:



qaytariladi.

Eritmaning pH qiymati 2-6 bo'lganida benzaldegid ikkita to'lqin hosil qilib qaytariladi, ikkinchi to'lqin benzil spirti hosil bo'lishiga to'g'ri keladi. Benzaldegidni aniqlash 20-25 % li xlorid kislotaning etanoldagi eritmasida o'tkaziladi. Bunda diffuzion tok bilan benzaldegidning konsentratsiyasi orasida to'g'ri mutanosiblik saqlanadi. Spirtli eritmalarda ishlaganda polyarogrammалardagi maksimumlar yo'qoladi, shuning uchun sirt aktiv moddalar qo'shishga ehtiyoj qolmaydi.

Ishni bajarish tartibi. Analiz qilinadigan modda namunasi 25 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, kolbaning belgisigacha etanol bilan suyultiriladi. Quruq elektrolitik bo'g'inga 10 ml 1 N xlorid kislotasi eritmasidan va 4 ml tayyorlangan eritmadan solinib, uning polyarogrammasi tuziladi. Aldegidning 1 mmol miqdoridan kichik konsentratsiyali eritmалari analiz qilinganda tekshiriladigan spirtli eritmani solishdan oldin xlorid kislotasi eritmasidan vodorod yoki azot o'tkazilib, erigan kislorod yo'qotiladi.

Darajalash chizmasini tuzish uchun benzaldegid (k.t.) namunasidan 25 ml hajmli o'lchov kolbasiga 5-7 mmol miqdorda solinadi. So'ngra eritma etanolda eritiladi va kolbaning

belgisigacha etanol solinadi. Tayyorlangan eritmadan ketma-ket quruq bo'g'inga 1, 2, 3, 4, 5 ml solinadi va mos ravishda ularga 1 N xlorid kislotasi eritmasidan 13, 12, 11, 10 va 9 ml qo'shiladi va har bir eritma uchun alohida polyarogramma tuziladi. Analiz qilinuvchi modda va standart namunalar bir xil sharoitda analiz qilinishi kerak.

Standart eritmalarining polyarogrammalari balandliklari o'lchanadi va ushbu balandliklarning konsentratsiyaga bog'liqligi chizmasi tuziladi.

Hosil bo'lgan darajalash chizmasi bo'yicha benzaldegidning konsentratsiyasi topiladi. Buning uchun tekshiriladigan benzaldegid eritmasi polyarogrammasining balandligi o'lchanadi va shu balandlikka mos keladigan konsentratsiya qiymati chizmadan topiladi.

3.4. Bromidni aniqlash

Bromid ion xlorid va yodid ionlari singari anod to'liqini beradi, uning paydo bo'lishi kam eruvchan Hg_2Br_2 cho'kmaning hosil bo'lishi bilan bog'liq (anod polarizatsiyasida tomchilovchi simob elektrodi simob (I) ionini hosil qiladi). Anod diffuzion toki bromid ionining elektrod sirtiga diffuziyanish tezligi bilan belgilanib, u bromid ionining konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional ($5 \cdot 10^{-3}$ M gacha) bo'ladi. Yuqori konsentratsiyalarda elektrod sirtida Hg_2Br_2 qatlami hosil bo'lib, u bromid ionining oksidlanishini sekinlashtiradi yoki to'xtatadi.

Ishni bajarish tartibi. Tekshiriluvchi eritmani hajmi 100 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga solib, kolbaning belgisigacha fon elektrolit eritmasi ($1 \cdot 10^{-3}$ M H_2SO_4 , 0,1 M Na_2SO_4 , 0,05 % li jelatin) bilan suyultiriladi. Bu eritmadan 10 ml olib quruq elektrolizyorga solinadi va uning polyarogrammasi tuziladi.

Standart eritma tayyorlash uchun hajmi 100 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga «k.t.» natriy bromiddan 0,1029 g solinadi va distillangan suvda eritiladi. Bu eritma ishchi standart eritmalar tayyorlash uchun ishlatiladi. Ishchi standart eritmalar tayyorlash uchun ushbu eritmadan 1, 2, 3, 4, 5 ml dan olib, hajmi 100 ml bo'lgan o'lchov kolbalariga solinadi va belgisigacha fon elektroliti eritmasi yordamida suyultiriladi. Quruq elektrolizyorga har bir eritmadan ketma-ket 10 ml dan solinib, har bir eritma uchun polyarogramma tuziladi. Tuzilgan

polyarogrammalardan foydalanib, darajalash chizmasi chiziladi. Buning uchun ordinata o'qiga polyarogrammalarning balandliklari va absissa o'qiga ularga to'g'ri keluvchi natriy bromidning miqdori (mg) qo'yiladi. Darajalash chizmasi yordamida analiz qilinuvchi moddaning miqdori topiladi.

3.5. Qo'rg'oshin ionini aniqlash

Aniqlash qo'rg'oshinni kaliy dixromat bilan titrlashga asoslangan:



Titrlashni atsetatli bufer (1 M natriy atsetatning 40 ml muzlatilgan sirka kislota tutgan 1 l eritmasi, $\text{pH}=4,2$) ishtirokida o'tkazganda aniq natijalar olinadi. Bu sharoitda dixromat potensialning nol bo'lgan qiymatida qaytariladi. Titrlashni aylanuvchan platina elektrodidan (taqqoslash elektrodi - to'yingan kalomel) foydalangan holda o'tkazganda, qo'rg'oshin qaytarilmaydi, titrlash titrantning qaytarilish tokida o'tkaziladi. Titrlashni qo'rg'oshinning oksidlanish tokida (+1,3 V) ham atsetatli bufer ishtirokida o'tkazish mumkin, bunda qo'rg'oshin PbO , gacha oksidlanadi.

Ishni bajarish tartibi. Qo'rg'oshin nitrat yoki atsetat eritmasidan hajmi 100 ml bo'lgan kolbaga tegishli miqdorda solinadi va kolbaning belgisigacha atsetatli bufer aralashma bilan suyultiriladi. Hosil qilingan eritmaning alikvot qismi titrlash stakaniga solinadi, platina elektrodi tushiriladi va u taqqoslash elektrodi bilan tuz ko'prigi yordamida tutashtiriladi. Mikrobyuretkadagi 0,05 M kaliy dixromat eritmasidan har gal 0,2 ml qo'shib, aylanuvchan platina elektrodining potentsiali $E=0$ V bo'lganda titrlanadi. Galvanometrning ko'rsatishi titrantning har bir ulushini qo'shgandan 30-50 sek keyin laboratoriya jurnaliga yoziladi. So'ngra titrlash egri chizig'i tuziladi va undan titrantning ekvivalentlik nuqtasiga to'g'ri keladigan hajmi topiladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Analiz natijalari (1.6) formula yordamida hisoblanadi.

3.6. Magniy va kalsiy ionlarini aniqlash

Magniy va kalsiy ionlari $\text{pH}=9-10$ bo'lganda suvdagi eritmalarda EDTA bilan barqaror komplekslar hosil qiladi. Propanoldagi eritmalarda esa bu ionlar EDTA bilan (ammoniy-atsetatli fon muhitida) barqaror komplekslar hosil qiladi. Agar titrlash ammoniy

atsetatning sirka kislotadagi eritmasida olib borilsa, komplekslar mutlaqo hosil bo'lmaydi. Magniy kalsiyga ko'ra oldin titrlanadi. Titrlashni ikkita platina elektrodli biamperometrik qurilmada 0,5 V kuchlanishda o'tkazish tavsiya qilinadi.

Ishni bajarish tartibi. Elektrolitik bo'g'inga magniy va kalsiy atsetatlarining propanoldagi eritmasidan 5-10 ml solinadi va eritmaning umumiy hajmi ammoniy atsetatning propanoldagi eritmasi bilan 20 ml ga yetkaziladi. Elektrodlar eritmaga tushirilib, ularning minutiga 500-600 aylanish tezligida 0,5 V kuchlanishda tekshiriladigan aralashma 0,05 M EDTA eritmasi yordamida 0,2-0,5 ml dan qo'shib titrlanadi. Titrlash egri chizig'i asosida titrantning e.n. ga to'g'ri keladigan hajmi topiladi va analiz natijalari hisoblanadi.

Analiz natijalarini hisoblash. Analiz natijalari (1.7) va (1.8) formulalar yordamida hisoblanadi.

3.7. Chumoli va sirka kislotalar aralashmasini aniqlash

Chumoli va sirka kislotalari suvli eritmalarda kuchsiz kislota xossasiga ega. Agar ular protofil erituvchilarda eritilsa, kuchli kislota xossalriga ega bo'lib, birgalikda titrlanadi. Amfiprot erituvchilar muhitida esa kislotalarning kuchi tabaqalanadi va ularni ayrim-ayrim titrlash imkoniyati tug'iladi. Shuning uchun bu kislotalarni pK , qiymati kattaroq bo'lgan erituvchilar, jumladan, propanol-1, propanol-2, metiletilketon muhitlarida titrlash tavsiya qilinadi. Bunday erituvchilar muhitida ularni kuchli ishqor eritmasi bilan titrlaganda kuchliroq — chumoli kislota birinchi, undan keyin kuchsizroq — sirka kislota alohida sinish chiziqlari bilan titrlanadi. Titrlash ikkita mis elektrodli biamperometrik qurilmada 1.0 V kuchlanishda o'tkaziladi. Mis anodining (ko'p teshikli, katta yuzali elektrod) erishi anod tokini, eritmaga o'tgan mis (II) ionining mis mikrokatodi sirtida qaytarilishi katod tokini ta'minlaydi. Mis elektrodleri faqatgina suvsiz eritmalarda qo'llanilishi mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Hajmi 25 yoki 50 ml bo'lgan o'lchov kolbasida taxminan 0,05 M tekshiriladigan kislotalarning propil yoki izopropil spirtidagi eritmaları tayyorlanadi. Titrlash stakaniga kislotalar aralashmasining ushbu eritmasiga pipetka yordamida 2-5 ml solinib, eritmaning umumiy hajmi 15-20 ml bo'lguncha tegishli erituvchidan qo'shiladi. Mis mikrokatod o'rnatilgan elektr motor

tokka ulanib, uning minutiga aylanish tezligi 500-600 atrofida o'rnatilgandan so'ng, aralashma natriy gidroksid yoki, yaxshisi, natriy propilat yoki natriy izopropilatning titrlash o'tkazilayotgan tegishli erituvchidagi eritmasi bilan titrlanadi. Titrant har 30-40 sek da 0,2-0,5 ml dan qo'shiladi. Olingan natijalar asosida titrlash egri chizig'i tuziladi va undagi sinish nuqtalari bo'yicha titrant hajmining titrlashning ekvivalentlik nuqtasiga to'g'ri keladigan miqdori topiladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Titrlash natijalari (1.7) va (1.8) formulalar asosida hisoblanadi.

3.8. p-Fenilendiaminni aniqlash

p-Fenilendiamin ikki negizli asos bo'lib, u ikki bosqichda titrlanadi. Protogen erituvchilar muhitida titrlanganda uning egri chizig'ida ikkita burilish kuzatiladi. Titrlashni suvsiz muzlatilgan sirka kislota muhitida o'tkazish maqsadga muvofiq bo'lib, bu muhitda p-fenilendiaminning asosligi kuchayadi. Uni kislotali-asosli titrlaganda titrant sifatida kuchli kislotalarning ishchi eritmalarini ishlatish yaxshi natijalar beradi. Titrlashni ikkita mis elektrodi bo'lgan amperometrik asbobdan foydalanib o'tkazish lozim. Bunda misning oksidlanib eritmaga o'tishi va katodda mis ionining qaytarilishi oksidlanish-qaytarilish juftini va oqibat natijada zanjirda tokning paydo bo'lishini ta'minlaydi.

Ishni bajarish tartibi. 50 ml hajmga ega bo'lgan o'lchov kolbasida p-fenilendiaminning sirka kislota-dagi eritmasi tayyorlanadi. Odatda 0,05 M eritma tayyorlanadi. Mis elektrod-lari bo'lgan elektrolizyorga ushbu eritmadan 1-2 ml quyib, eritma sathi elektrod-lar botguncha ko'tariladi (uning umumiy hajmi 15-20 ml dan oshmasin). Indikator elektrodini motorga ulab, elektrod-lar orasida 2,0 V kuchlanish o'rnatiladi va titrlash boshlanadi. Mikrobyuretkadan 0,1 N HCl eritmasi 0,1-0,2 ml dan qo'shiladi. HCl ning eritmasi ham suvsiz muzlatilgan sirka kislota-dagi tayyorlanadi. Titrlash muhitida suvning bo'lishi mumkin emas. Titrlash egri chizig'i yordamida sarflangan titrantning hajmi aniqlanadi va mod-daning miqdori hisoblanadi. Agar hisoblash birinchi burilish bo'yicha bajarilsa, formuladagi ekvivalent massa o'rniga mod-daning molyar massasi, ikkinchi burilish bo'yicha bajarilsa, $M/2$ qo'yiladi.

3.9. Karbon kislotalarning xlorangidridlarini aniqlash

Karbon kislotalarning xlorangidridlari suvsiz muzlatilgan sirka kislotada eritilganda HCl hosil bo'ladi. Binobarin, HCl ni titrlab, karbon kislotalarning xlorangidridlarini aniqlash mumkin. Buning uchun protolitik titrlashdan yoki cho'ktirish reaksiyalaridan foydalanish mumkin. Kadmiy va qo'rg'oshinning xloridlari sirka kislotada kam eriydi, shuning uchun titrlashni kadmiy yoki qo'rg'oshin atsetati eritmasidan foydalanib o'tkazish mumkin. Titrlash tomchilovchi va stakan tubidagi simob elektrodli amperometrik asbob yordamida bajariladi.

Ishni bajarish tartibi. 25 ml hajmli kolbada karbon kislotasining xlorangidridi eritmasini tayyorlang. Tayyorlanadigan eritmada 15-50 mg modda, masalan, sirka kislota xlorangidridi bo'lishi lozim. Bu namuna litiy nitratning muzlatilgan sirka kislota xlorangidridi eritmasida eritiladi. Ushbu tayyorlangan eritmada 15 ml olib, titrlash stakaniga quyiladi. Titrlash stakanining tubiga yetarli miqdorda simob solib (stakanining tubi to'lig'icha simob qatlami bilan qoplasa bas) tomchilovchi simob elektrod o'rnatiladi. Mexanik aralashtirgich o'rnatilib, u motorga ulanadi, elektrodga — 1,2 V katod potentsiali berilib, titrlash boshlanadi. Titrant — kadmiy yoki qo'rg'oshin atsetatning 0,05 M muzlatilgan sirka kislota xlorangidridi eritmasi mikrobyuretkadan qo'shiladi. Titrlash egri chizig'i tuziladi va uning yordamida titrantning oxirgi nuqtagacha sarflangan hajmi aniqlanadi.

Analiz natijalarini hisoblash uchun (1.5) formuladan foydalaniladi.

IV BOB

4. KULONOMETRIYA

Kulonometriya usuli analitik mutlaq usullardan biri bo'lib, elektr miqdorini o'lchashga asoslangan. Bu usul 10^{-9} M gacha moddani aniqlash imkonini beradi. Kulonometriya usullari bevosita va bilvosita galvanostatik va potensioostatik usullarga bo'linadi. Bevosita usullarda elektr miqdorini o'lchash orqali modda massasini

$$m = \frac{I \tau M}{nF} \quad (4.1)$$

ya'ni, miqdorini aniqlash mumkin (bu yerda, m – aniqlanadigan modda massasi, g; I – tok kuchi qiymati, mA; τ - elektroliz uchun sarflangan vaqt, sek.; n – reaksiyada qatnashgan elektronlar soni; F – Faradey soni, ≈ 96500 kI.). Bilvosita usullarda titrantni elektr generatsiya qilish uchun sarflangan elektr miqdori bo'yicha aniqlanadigan moddaning massasi baholanadi. Titrantni ichki (tekshiriladigan eritmada) va tashqi (tekshiriladigan eritmadan tashqarida) usullar yordamida generatsiya qilish mumkin. Titrlashning oxirgi nuqtasi vizual (rang o'zgarishi bo'yicha), potensiometrlik, amperometrik, biamperometrik, spektrofotometrik, kolorimetrik va boshqa usullar yordamida topiladi.

4.1. Mis miqdorini aniqlash

Mis ionini aniqlash tekshiriladigan eritmadagi mis (II) ni platina katod sirtida to'lig'icha qaytarib, qaytarilgan misni doimiy tok kuchining qat'iy qiymatida (galvanostatik rejim) anod tokining keskin o'zgarishigacha oksidlashga asoslangan. Bunda elektroliz davomida vaqt o'lchanadi. Anod jarayoni uchun sarflangan elektr miqdori eritmadagi misning miqdoriga mutanosib.

Ishni bajarish tartibi. Elektrolitik bo'g'inning ishchi elektrodi joylashgan kameraga (100 ml hajmli) taxminan 45 ml fon elektroliti va 5 ml tekshiriladigan mis sulfat eritmasi solinadi. Elektrolitik bo'g'inning ikkinchi kamerasiga faqat shuncha miqdor fon elektroliti solinadi. Ishchi kameraga magnitli aralashtirgich o'zagi tushiriladi.

Ishchi kameradagi platina elektrodi tok manbasining manfiy qutbiga, yordamchi kameradagi platina elektrodi tok manbasining musbat qutbiga o'zgaruvchan qarshilik, tok ulash kaliti va ampermetr orqali ulanadi. Elektrodلarga qutblarini hisobga olgan holda voltmetr parallel ulanadi. Zanjirni ulaganda kuchlanish 2 V ni tashkil etadigan holatga moslab, qarshilik tanlanadi. Shundan so'ng eritmani aralashtirib turgan holda barcha mis katodga o'tguniga qadar elektroliz o'tkaziladi. Tok uzilib, aralashtirish to'xtatiladi va elektrodلarga ulangan elektr manbasining qutblari o'zgartiriladi. Voltmetr uzib tashlanadi, ampermetr milliampermetr bilan almashtiriladi. Ishchi elektrod misni anod jarayonida eritish vaqtida elektron voltmetrغا, elektron voltmetrning ikkinchi klemmasi stakandagi kaliy xloridning 50 ml to'yingan eritmasi bo'lgan stakanga tushirilgan kalomel elektrodiga ulangan bo'lishi kerak. Stakan esa ishchi elektrodli kamera bilan kaliy xloridning to'yingan eritmasi to'ldirilgan U-simon nay yordamida tutashgan bo'lishi lozim. Qarshilikni tanlash orqali zanjirdan 1 mA chamasi tok o'tishiga erishiladi. Shu tok qiymatida kulonometrik aniqlashni bajarish uchun bir vaqtning o'zida kalit yordamida zanjirga tok va sekundomer ulanadi. Yaxshisi kalitga ulangan taymerdan foydalanish maqsadga muvofiq.

Laboratoriya jurnaliga tok kuchi qiymati qayd qilinib, elektron voltmetr yordamida mis bilan qoplangan anod potensialining o'zgarishi nazorat qilib turiladi. Potensial sakrashi kuzatilgan zahoti tok va sekundomer to'xtatiladi. Shundan so'ng jurnalga anod jarayoni uchun sarflangan vaqt qayd qilinadi.

Analiz natijasini hisoblash (4.1) formula yordamida amalga oshiriladi.

4.2. Temir (III) ionini ishchi elektrodning muayyan potensialida aniqlash

Kislotali muhitda eritmadagi temir (III) ion $+0,3$ V potensialda (to'yingan kalomel elektrodiga nisbatan) qaytariladi. Temir (III) ion to'liq qaytarilgandan so'ng zanjirdagi tok muayyan kichik qiymatgacha kamayadi va o'zgarishsiz qoladi. Tokning ana shunday qolish vaqtida elektroliz tugagan hisoblanadi. Elektrolitik bo'g'in orqali o'tgan elektr miqdori zanjirga ketma-ket ulangan kulonometr

yordamida baholanadi. Temirning miqdoriga ekvivalent bo'lgan elektr miqdorini topish uchun qoldiq tokka to'g'ri keladigan elektr miqdori umumiy elektr miqdoridan ayiriladi:

$$q_{Fe} = q_0 - q_1 \quad (4.2)$$

Ish to'rt bosqichdan iborat bo'ladi: asbobni yig'ish va ishga sozlash; fon elektrolitining elektroliz toki va qoldiq tokni baholash; tekshiriladigan modda elektrolizi va elektroliz tokini baholash; elektroliz uchun sarflangan elektr miqdorini baholash.

Ishni bajarish tartibi. *Asbobni yig'ish va ishga sozlash.* U-simon naylardan biri 1 M sulfat kislota eritmasi bilan, ikkinchisi kaliy xloridning to'yingan eritmasi bilan to'ldirilib, naylarning uchlari filtr qog'ozidan yasalgan tiqin bilan zich berkitiladi (naylarda havo pufagi qolmasligi kerak). Hajmi 100 ml bo'lgan ikkita stakanga taxminan 50 ml 1 M H_2SO_4 solinadi. Stakanlardan biri 4 yoki 5 ta teshigi bo'lgan, daraxt po'stlog'idan yasalgan tiqin bilan zichlanmay yopiladi. Shu stakanga to'rsimon platina mikrokatodi o'rnatiladi va stakanga magnit, gaz chiqarish nayi va to'yingan kaliy xlorid eritmasi to'ldirilgan U-simon nayning bir uchi tushiriladi. Ushbu U-simon nayning ikkinchi uchi to'yingan kaliy xlorid bilan to'ldirilgan va to'yingan kalomel elektrodi bo'lgan stakanga joylashtiriladi. Birinchi stakanga, sulfat kislota eritmasi to'ldirilgan U-simon nayning bir uchi tushiriladi. Bu nayning ikkinchi uchi sulfat kislota bilan to'ldirilgan, plastinka shaklidagi anodli stakanda bo'ladi. To'rtinchi stakan tarkibida 1 M $CuSO_4$, 0,1 M K_2SO_4 va 0,1 M H_2SO_4 bo'lgan eritma bilan to'ldiriladi, bu stakan kulonometr vazifasini bajaradi. Shu stakanga platina simidan yasalgan elektrodlar va aralashtirgich tushiriladi. Kulonometrda katod vazifasini bajaradigan elektrodning massasi analitik tarozida tortilib, aniqlangan bo'lishi kerak. Elektr toki manbasining bir qutbi mis sim orqali qarshilikning bir uchiga, qarshilikning ikkinchi uchi Kolraush ko'prigining bir uchiga ulanadi. Elektr manbasining ikkinchi qutbi tok ulash kaliti orqali Kolraush ko'prigining ikkinchi uchiga ulanadi. Kolraush ko'prigining har ikkala uchiga qutblariga rioya qilgan holda voltmetr ulanadi. Kalit yordamida tokni ulab, Kolraush ko'prigining uchlarida 10-15 V kuchlanish hosil qilish kerak. Kolraush ko'prigining manfiy qutbiga katod, siljiydigan uchiga esa ikkinchi tok ulash kaliti, milliampermetr va anod ulanadi. Shundan so'ng potensiometr ishga sozlanadi va katod musbat, to'yingan kalomel elektrodi manfiy qutbga ulanadi.

Fon elektrolitining elektrolizi va qoldiq tokni baholash. Elektrolizni boshlashdan oldin 5-10 daqiqa davomida va elektrolizning oxirigacha eritmadan kisloroddan tozalangan azot o'tkazib turiladi. Buning natijasida erigan kislorod va boshqa elektr aktiv gazlar eritmadan chiqib ketadi. Tok kaliti orqali Kolraush ko'prigining uchlariga tok beriladi va aralashtirgich ulanadi. Potensiometrda EYUK qiymati 500 mV (katod va to'yingan KE orasidagi potensial) o'rnatilib, potensiometr ulangan holatda saqlanadi. Ikkinchi kalit ham ulanadi va sekundomer ishga tushiriladi, bunda zanjirdagi tok tufayli galvanometr strelkasi nol holatidan siljiydi. Tezlik bilan Kolraush ko'prigining siljiydigan uchini harakatlantirish orqali galvanometr strelkasi yana nolga keltiriladi. Elektroliz zanjiridan oldin kamayayotgan va birozdan keyin qiymati o'zgarmay qolgan tok o'tayotganligini milliampermetr ko'rsatadi. Elektroliz davomida galvanometrning ko'rsatishi nolda turishi kerak. Agar u noldan siljisa, Kolraush ko'prigining siljiydigan uchi yordamida strelka nolga qaytarilib turilishi kerak. Laboratoriya jurnalida qoldiq tokning qiymati (o'zgarmay qolgan qiymat) yozib olinadi va zanjir tokdan uziladi.

Tekshiriladigan modda elektrolizi va elektroliz tokini baholash. Elektroliz zanjiriga kulonometr ulanadi va katod kamerasiga tekshiriladigan temir (III) sulfatning eritmasidan 5 ml kiritiladi. Biroz vaqt davomida eritmadan azot o'tkaziladi. Ikkinchi kalit yordamida tok ulanadi va birdaniga sekundomer ishga tushiriladi. Agar galvanometr strelkasi noldan siljisa, tezlik bilan Kolraush ko'prigining siljiydigan uchi yordamida nolga qaytariladi va jurnalga elektroliz tokining dastlabki qiymati (mA) yozib olinadi. Elektroliz davomida katodning potentsiali o'rnatilgan 0,3 V qiymatdan o'zgarmasligi kerak. Potensial o'zgargan taqdirda Kolraush ko'prigining siljiydigan uchi yordamida 0,3 V qiymat o'rnatiladi. Tok kuchi qiymati dastlabkisidan 0,1 % ga kamaymaguncha elektroliz davom ettiriladi. Tok kuchi qiymati 0,1 % ga kamaygan vaqtda elektroliz to'xtatiladi. Buning uchun kalit tokdan uziladi va sekundomer to'xtatiladi. Sekundomerdan elektroliz uchun sarflangan vaqt yozib olinadi.

Elektroliz uchun sarflangan elektr miqdorini baholash uchun eng avvalo, elektr miqdorining umumiy qiymati topiladi. Buning uchun kulonometrda katod chiqarib olinib, suv bilan astoydil yuviladi. Katod oldin spirt, keyin efir bilan quritiladi va darhol analitik tarozida tortilib, massalar farqi bo'yicha cho'kkan misning massasi aniqlanadi. Shu tariqa q_1 , q_2 va q_n baholanadi.

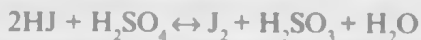
Analiz natijalarini hisoblash (1.51) formula yordamida amalga oshiriladi. Agar elektroliz tokning dastlabkisiga nisbatan 0,1 % kamayish qiymatida to'xtatilgan bo'lsa, qoldiq tok uchun tuzatish kiritish shart emas, chunki bu holatda eritmada taxminan 0,1 % modda qaytarilmay qolgan bo'ladi. Agar elektroliz qoldiq tokkacha davom ettirilsa, tuzatish kiritish kerak bo'ladi.

4.3. Butanol tarkibidagi suvni aniqlash

Turli birikmalardagi kam miqdor suvni kulonometrik titrlash usuli yordamida aniqlash mumkin. Organik va anorganik moddalardagi kam miqdor suvni kulonometrik aniqlash uchun K. Fisher reaktividan foydalaniladi. K. Fisher reaktivi yodning va oltingugurt (IV) oksid va piridinning metanoldagi ikkita eritmasidan iborat. Aniqlashdan oldin bu ikki eritma aralashtirilib, standartlashtiriladi va suvni titrlash uchun ishlatiladi. Yod oltingugurt dioksidi ishtirokida suv bilan quyidagicha ta'sirlashadi:



Biroq o'ngga siljigan reaksiya natijasida hosil bo'lgan HJ va H_2SO_4 larning ko'payishi tufayli teskari reaksiya ham sodir bo'lishi mumkin:



Teskari reaksiyaning sodir bo'lmashligi uchun hosil bo'lgan kislotalarni bog'lash maqsadida eritmaga piridin qo'shiladi. Piridin kislotalarni bog'lash bilan bir qatorda oltingugurt dioksidining uchuvchanligini ham kamaytiradi. Bu usul suv yoki namlikni aniqlash uchun eng qulay, aniq va tezkor usullardan biridir.

Reaksiya natijasida hosil bo'ladigan HJ kulonometrik titrant — yodni generatsiya qilishga sarflanadi. K. Fisher reaktivi suvning absolyut metilsellozoldagi standart eritmasi bilan titrlanadi va shu titrlash natijasida standartlanadi. K. Fisher reaktivi tayyor holda ochiq saqlanganda havo namligi bilan ta'sirlashib, o'z titrini o'zgartiradi. Shuning uchun uni ishlatishga kirishishdan oldin bevosita tayyorlash zarur. Analizning aniqligi tokning samaradorligiga bog'liq. Tokning samaradorligi esa boshqa omillardan tashqari fon elektrolitining elektr o'tkazuvchanligiga ham bog'liq. Shu bois tanlanadigan fon elektrolitining elektr o'tkazuvchanligi yuqori bo'lishi kerak. Ushbu

ishda fon elektroliti o'rnida yodni generatsiya qilishda qo'llaniladigan K.Fisher reaktividan foydalanish mumkin. Eritmadagi yodid ionining konsentratsiyasi tokning 100 % lik samaradorligini ta'minlashi kerak. Tajribalarning ko'rsatishicha yodid ionning 0,1 M dan yuqori konsentratsiyali eritmaları ancha katta oraliqda tok samaradorligining amalda 100 % bo'lishini ta'minlaydi. K.Fisher reaktividagi metanol yod bilan ta'sirlashganligi uchun uni metilsellozolv yoki etilsellozolv bilan almashtirish maqsadga muvofiqdir.

Ishni bajarish tartibi. Massasi oldindan ma'lum bo'lgan qopqog'i zich yopiladigan byuksda 0,5-2,0 g butanol-1 yoki butanol-2 namunasi tortib olinadi va u elektrolitik bo'g'inning anod kamerasiga solinadi. Ishchi elektrodga 2,0-4,0 mA tok beriladi. Elektrodga tok berish bilan bir vaqtda taymer yoki sekundomer ulanadi. Eng yaxshisi, taymerni generator tokini ulaydigan tumblerga ulashdir. Titrlashning oxirgi nuqtasi potensiometrlik yoki biamperometrik usul yordamida topiladi. Zanjirning toki mikroampermetr yordamida kuzatib boriladi.

Analiz natijalarini hisoblash. Tekshiriladigan erituvchi tarkibidagi suvning massa ulushi (%) quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$x = \frac{I \tau M}{192969,2 m} \quad (4.3)$$

bu yerda, I — generatsiya toki, mA; τ — elektroliz vaqti; M — suvning molyar massasi; m — tekshiriladigan erituvchi massasi.

4.4. Kislotalarni aniqlash

Kislotalarni aniqlash elektr generatsiya qilingan OH⁻ ioni bilan titrlashga asoslangan. Kislotalarni platina katodida elektroliz qilganda, elektroliz tokining kuchi - I_k va kislotalarning konsentratsiyasiga mos ravishda turli jarayonlar kuzatiladi. Agar $I_k < I_d$ bo'lsa, oldin kislotalarning vodorod ioni vodorodgacha qaytariladi. Elektroliz jarayonida $I_k > I_d$ bo'lishi bilan suvning vodorod ioni qaytarila boshlaydi va OH⁻ ioni hosil bo'ladi:



Hosil bo'lgan gidroksil ioni eritmada qolgan vodorod ioni bilan ta'sirlasha boshlaydi. Eritmada kislotalarning vodorod ioni qolmagandan keyin hosil bo'lgan OH⁻ ioni eritmani ishqoriy muhitga o'tkazadi. Eritma

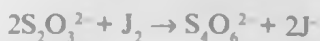
muhitining o'zgarishini indikator rangining o'zgarishi, eritma potentsiali yoki elektr o'tkazuvchanligining o'zgarishi bilan topish mumkin. Agar elektrolizning boshidan $I > I_d$ bo'lsa, faqat suv elektrolizga uchraydi. Titrant $I = \text{const}$ bo'lganda generatsiya qilinsa, titrlash uchun sarflangan vaqtning qiymatidan foydalanib $q = I \tau$ aniqlanadi va unga asosan kislotaning massasi topiladi. Eritma tarkibidagi fon elektrolitining elektr o'tkazuvchanligi yuqori bo'lsa, I doimiy qoladi.

Ishni bajarish tartibi. Hajmi 100 ml bo'lgan ikkita elektrodning har biriga bittadan plastinka shaklidagi platina ($1 \times 1 \text{ sm}^2$) elektrod o'rnatiladi va ularga $\sim 50 \text{ ml } 10\%$ li kaliy sulfat eritmasi solinadi. Stakanlardan biriga 10 tomchi fenolftalein eritmasi tomizilib, magnitli aralashtirgichning o'zagi tushiriladi. Shu stakandagi elektrod elektr manbasining manfiy qutbiga ulanadi. Elektr manbasining musbat qutbiga ketma-ket katta qarshilik, milliampermetr, tok ulash kaliti va ikkinchi platina elektrod ulanadi. Har ikkala stakan 10% li kaliy sulfat eritmasi to'ldirilgan U-simon nay yordamida tutashiriladi. Shundan so'ng eritmada bo'lishi mumkin bo'lgan kislotalar qoldiqlarini yo'qotish uchun elektroliz oldi jarayoni o'tkaziladi. Buning uchun qarshilik shunday tanlanadiki, eritmadan 5-10 mA tok o'tsin. Kalit yordamida zanjir ulanib, aralashtirgich ishga tushiriladi va elektroliz katod kamerasidagi eritma yorqin pushtirang hosil qilmaguncha davom ettiriladi. Tok uziladi va katod kamerasiga 5-10 ml tekshiriladigan kislota eritmasi solinadi. Zanjirga yana tok ulanadi va shu zahoti sekundomer ishga tushiriladi. Eritma yana yorqin pushtirangga kirsam, titrlash tugagan hisoblanadi va shu payt sekundomer ishdan to'xtatiladi, tok uziladi. Katolit va anolitni almashtirmasdan tajriba bir necha bor takrorlanadi va laboratoriya jurnaliga elektroliz toki va vaqti kiritiladi.

Analiz natijalarini hisoblash (4.1) tenglama asosida bajariladi.

4.5. Natriy tiosulfatni aniqlash

Tiosulfat ioni platina anodi sirtida elektr generatsiya qilingan erkin yod ta'siridan titrlanadi. Yodidning manbasi sifatida natriy yoki kaliy yodid eritmasi ishlatiladi. Yodning elektr generatsiya va aniqlanishning kimyoviy jarayonini quyidagicha ifodalash mumkin:



Titrlashning oxirgi nuqtasi tekshirilayotgan eritmaga qo'shilgan kraxmal eritmasi tomchisi yordamida baholanadi.

Ishni bajarish tartibi. 0,05 N natriy tiosulfat eritmasi tayyorlanib, uning 25 ml sig'imi 250 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga solinadi va distillangan suv bilan suyultirilib, aralashtiriladi. Moslamaning elektrolitik kaliti natriy tiosulfat to'yingan eritmasining 1:1 suyultirilgani bilan to'ldiriladi. Mikrobyuretkaga $\approx 0,05$ N natriy tiosulfat eritmasi to'ldiriladi. Elektrodlar astoydil yuviladi. Elektrolitik kalitning bir uchi tekshiriladigan eritma solinadigan stakanga, ikkinchi uchi natriy tiosulfat eritmasi va yordamchi mis elektrodli stakanga tushiriladi. Tokni ulash kaliti «Vikl» holatiga o'tkaziladi. UIP-1 moslamasi tumbleri «Anod» holatiga o'tkaziladi, bunda lampa yonadi. Hajmi 250 ml bo'lgan titrlash stakaniga o'lchov silindri yordamida 5 ml 1 M natriy yoki kaliy yodid, 1 ml kraxmal solinadi va umumiy hajm 50 ml ga yetkaziladi. Stakanga magnitli aralashtirgichning o'zagi tushiriladi va magnitli aralashtirgich tokka ulanadi. Magnitli aralashtirgich tezligi shunday tanlanadiki, elektrod atrofida voronka hosil bo'lmasligi kerak. Ishchi elektrodi o'zakka tegmaydigan qilib o'rnatilgan bo'lishi kerak. Elektr sekundomer yoki taymer nol holatida bo'lishi kerak. Elektrolizyordagi eritma kuchsiz, biroq ravshan havorangga kirguncha elektrolizyorga tok ulanadi va shu rang hosil bo'lganda uziladi. So'ngra byuretkadan aniq 5 yoki 10 ml natriy tiosulfatning tekshirilayotgan eritmasi shu stakanga solinadi va bir vaqtning o'zida sekundomer va tok ulanadi. Elektrolizyor orqali o'tayotgan tok kuchi qiymati va mikroampermetr shkalasi ko'rsatkichlari yozib olinadi. Elektroliz dastlabki hosil bo'lgan ranggacha davom ettiriladi. Elektrolizyordagi eritmani almashtirmagan holda titrlashni uch marta takrorlang.

Titrlash natijalari quyidagi jadvalga kiritiladi:

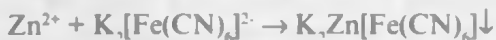
No	Olingan tiosulfat hajmi, V, ml	Tok kuchi qiymati, i, A, mA	Elektroliz vaqti, τ , sek	Aniqlangan tiosulfat miqdori, g	Aniqlangan konsentratsiya, N

Natriy tiosulfatning normalligi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$N = \frac{i \cdot \tau}{96485 \cdot V}$$

4.6. Ruxni elektr generatsiya qilingan ferrosianid yordamida aniqlash

Ruxni aniqlash uning kislotali (pH=1-3) bo'lganda kaliy ferrosianiddan elektr generatsiya qilingan ferrosianid ion bilan bo'lgan reaksiyasiga asoslangan:



Ishni bajarish tartibi. Elektrolitik bo'g'inning katod kamerasiga 0,4 M $K_1[Fe(CN)_6]$ eritmasidan 50 ml va 4 M CH_3COOH eritmasidan 50 ml (pH=2-3 tomchi) solinadi. Bo'g'inning anod kamerasiga 4 M K_2SO_4 eritmasi solinadi va taxminan 0,005 A generatsiya toki o'rnatiladi va 2-3 daqiqa dan keyin zanjir uziladi va biamperometrik titratorning platina elektrodlariga 80 mV kuchlanish ulanadi. Bunda zanjirda tok paydo bo'ladi. Kuchlanishning ortishi tok kuchining oshishi sistemada $[Fe(CN)_6]^{3-}/[Fe(CN)_6]^{4-}$ juftining borligini ko'rsatadi. Bo'g'inga 0,001 M rux sulfat eritmasidan zanjirdagi tok qariyb nolga yetguncha qo'shiladi. Biamperometrik zanjir uziladi va bo'g'inga 3,00 ml 0,01 M rux sulfat eritmasi quyiladi va yana biamperometrik zanjirga kuchlanish ulanadi. Bir vaqtning o'zida generator (kulonometrik) zanjiriga 0,005 A tok beriladi va sekundomer ishga tushiriladi. Generator zanjiriga tok berilgandan so'ng biamperometrik zanjirning toki diqqat bilan kuzatiladi. Biamperometrik zanjirda tok paydo bo'la boshlashi zahotiyuq, generatsiya toki uziladi va sekundomer to'xtatiladi. Shundan so'ng titrlash ulushma-ulush amalga oshiriladi. Buning uchun har 20-30 sek da biamperometrik zanjirdagi tok yozib olinadi. Shu vaqt ichida kulonometrik zanjirda muvozanat o'rnatilishi kerak. So'ngra biamperometrik zanjir tokining titrantni generatsiya qilish vaqtiga bog'liqlik chizmasi tuziladi. Kesishish nuqtasi elektroliz vaqtiga to'g'ri keladi. Shundan so'ng bo'g'inga bir necha tomchi 0,001 M rux sulfat eritmasi tomizilib, biamperometrik zanjirda tok kuchi i qiyamatiga yetkaziladi va titrlash bir necha marta takrorlanadi. Takroriy titrlashlarda tokni uzish har 30, 20, 10 sek da amalga oshiriladi. Olingan qiymatlar quyidagi jadvalga kiritiladi (masalan):

τ, sek	30	60	90	120	150	180	240	270	300
	0	0	0	0	10	20	32	41	50

Bu qiymatlar bo'yicha chizma tuzilib, undan τ_{en} topiladi.

Analiz natijasini hisoblash. Eritmaga kiritilgan rux tuzi eritmasining konsentratsiyasi

$$c = \frac{3 i \tau \cdot 10^3}{2 n F V}$$

bu yerda, i – zanjirdagi tok kuchi, A;

τ_{en} – chizmadan olingan generatsiya vaqti, sek;

V – kiritilgan rux tuzi eritmasining hajmi, ml;

n – generatsiya qilingan 1 mol titrantga to'g'ri keladigan elektronlar soni;

$3/2$ – stexiometrik koeffitsient.

V BOB

5. SPEKTROSKOPIK ANALIZ USULLARI

Spektr — nurlanish to'liqin uzunliklarining muayyan tartibda joylashishidir. Elektromagnit nurlanish istalgan to'liqin uzunligiga ega bo'lishi mumkin. To'liq elektromagnit nurlanish juda uzun to'liqindan juda qisqa to'liqingacha bo'ladi. Biroq spektrning hamma sohalarini o'ichay oladigan birorta ham asbob yo'q. Shuning uchun ham elektromagnit nurlanish qator sohalariga bo'linadi. Metrdan katta bo'lgan elektromagnit to'liqlarni radioasboblarda, undan qisqaroqlarini mikro to'liqlik spektroskopiyasi usullari o'rganadi. Bir necha millimetrdan $3 \cdot 10^{-6}$ m gacha bo'lgan sohada issiqlik to'liqlari bo'ladi. Bir necha millimetrdan $2,5 \cdot 10^{-5}$ m gacha bo'lgan soha uzoq infraqizil soha; $2,5 \cdot 10^{-5}$ m dan $7,5 \cdot 10^{-7}$ m gacha bo'lgan soha yaqin infraqizil soha deb yuritiladi. $7,5 \cdot 10^{-7}$ m (qizil) dan $4 \cdot 10^{-7}$ m (binafsha) gacha bo'lgan sohani ko'z bilan ko'rish mumkin bo'lganligi uchun ko'rinadigan soha hisoblanadi. $4 \cdot 10^{-7}$ m dan $3 \cdot 10^{-7}$ m gacha bo'lgan soha yaqin ultrabinafsha sohadir. So'ngra uzoq ultrabinafsha ($3 \cdot 10^{-7}$ m — $2 \cdot 10^{-7}$ m) va vakuum ultrabinafsha ($2 \cdot 10^{-7}$ m — $2 \cdot 10^{-9}$ m) sohalar joylashgan. Vakuum ultrabinafsha deyilishining sababi shundaki, bu soha nurlarini havo yutadi, shuning uchun u maxsus vakuum asboblarda tekshiriladi. Shundan keyin 10^{-10} m to'liqin uzunligi yumshoq va qattiq rentgen nurlari va gamma nurlar sohalarini joylashgan bo'lib, ularni havo yana yutmaydi.

Spektrning infraqizil, ko'rinadigan va ultrabinafsha sohalarini tekshirish usullari optik spektroskopiyasi deb ataladi. Spektroskopik tekshirishlar 1666-yilda I. Nyuton tomonidan quyosh nurlarini prizma bilan tekshirishdan boshlangan. Dastlab 1802-yilda V. Vollaston va undan bexabar 1814-yilda I. Fraunhofer tor oraliqdagi spektral chiziqlarni kuzatishgan. Birinchi spektroskop 1859-yilda G. Kirxgoff va R. Bunzen tomonidan yasalgan. Kirxgoff va Bunzen o'zlari yasagan asboblarni sifat analizida qo'llash mumkinligini ko'rsatishgan.

5.1. Atom spektroskopiyasi usullari

Atom spektroskopiyasi usullari atom emission va atom absorbsion usullarga bo'linadi. Atom emission usullar atomlarning chiqarish, atom absorbsion usullar yutilish spektrlarini o'rganishga asoslangan.

Atomlarning spektrlari. Atom optik spektroskopiyasi usullari valent elektronlarning bir statsionar holatdan boshqasiga o'tishiga asoslangan. Atom spektrlarining ajoyib xususiyatlaridan biri ularning chiziqli tuzilishidir. Shu sababga ko'ra atom spektrlari ko'p ma'lumot beradi. Chiziqning spektrdagi o'rni har bir element uchun xususiylidir va uning bu xossasini sifat tahlili uchun ishlatish mumkin. Miqdoriy analiz esa spektral chiziq intensivligining namunadagi element miqdoriga bog'liqligiga asoslangan. Atom spektral chiziqlarining kengligi juda kichik bo'lganligi uchun turli elementlarga tegishli chiziqlarning biri-birining ustiga tushish ehtimoli ham katta emas. Shuning uchun atom spektroskopiyasi usullari bir vaqtda bir nechta elementni topish va aniqlash uchun foydalanilishi mumkin. Bu usul ko'p elementli analiz usuli hisoblanadi.

Elektromagnit nurlar to'lqin uzunligining ishlatiladigan oralig'i va tegishli o'tishlarning tabiatiga ko'ra atom spektroskopiyasi usullari optik va rentgen spektroskopiyasi usullariga bo'linadi. Optik spektroskopiya usullarida elektromagnit nurlanishning ultrabinafsha va ko'zga ko'rinuvchi nurlar sohalari ishlatiladi. U valent elektronlar energiyasining o'zgarishiga mos keladi.

Elektromagnit nurlarning modda bilan o'zaro ta'sir jarayonining fizikaviy tabiatiga qarab, atom spektroskopiyasi usullari chiqarish (emission) va yutilish (absorbsion) usullariga bo'linadi.

5.2. Atom-emission analiz

Emission spektrlar uch xil, ya'ni chiziqli, yo'lakli va uzluksiz bo'ladi. *Chiziqli spektrlar* bir-biridan shunday masofada turgan atomlar yoki ionlar tomonidan chiqariladiki, ular o'zaro ta'sir ko'rsatmaydi deyiladi. Qattiq cho'g'langan gazlar va bug'lar chiziqli spektrlar chiqaradi. O'zaro ta'sirlashmaydigan masofada joylashgan, ikki yoki undan ortiq atomlardan tashkil topgan, ionlashgan yoki ionlashmagan molekulalar *yo'laksimon spektrlar* chiqaradi. Bunday spektrlarni cho'g'langan gazlar va bug' holidagi ko'p atomli molekulalar chiqarib, ular ancha sovuq sharoitda bo'lib, atomlar va ionlarga dissotsilanadigan darajadaga yetmagan bo'ladi. Uzluksiz spektr cho'g'langan suyuqlik yoki qattiq jismlar, ayrim hollarda atom va molekulalar tomonidan ham chiqariladi. Uzluksiz spektrlarni

o'zaro yaqin joylashgan spektral chiziqlarning zich majmuasi sifatida qarash mumkin.

Atom-emission spektroskopiyada spektral chiziqlarni o'rganish asosida sifat va miqdor analizi amalga oshiriladi. Hozirgi vaqtda atomlar spektral chiziqlarining juda ko'p turlari mavjud bo'lib, ular yordamida atomlarni bilib olish mumkin. Har qanday atom ko'plab xarakteristik spektral chiziqlarga ega. Spektral analiz sifat analizining juda qudratli, tez, sodda va bevosita usulidir. Tekshiriladigan namunaning kichkina parchasini yondirish orqali uning spektrini hosil qilish va suratga tushirib olish mumkin. Suratga tushirilgan spektrni tekshirish yordamida moddaning sifat tarkibi topiladi. Bir vaqtning o'zida juda ko'plab metallarni topish mumkin. Juda kichik konsentratsiyalarda barcha omillar doimiy ushlab turilsa, elementning chiqargan spektri uning konsentratsiyasiga mutanosib bo'ladi. Shu negizda elementning miqdori aniqlanadi. Aniq miqdor analizini amalga oshirish ancha murakkab bo'lib, buning uchun tarkibi tekshiriladigan moddaga juda yaqin bo'lgan etalon talab etiladi. Agar tekshiriladigan namuna tarkibida aniqlanadigan elementning miqdori 1 % atrofida bo'lsa, bu masala murakkab emas. Tekshiriladigan elementning namuna tarkibidagi konsentratsiyasi qancha kichik bo'lsa, shuncha analiz samarali bo'lib, analizning aniqligi kimyoviy usullarnikidan yuqori bo'ladi.

Emission spektral analiz turli asboblarda yordamida amalga oshiriladi. Moddani qo'zg'atilgan holatga o'tkazish uchun alanga, elektr yoyi, uchqun, lazer va boshqalar ishlatiladi. Biz quyidagi ayrim spektral asboblarda, ularning tuzilishi, imkoniyatlari va ularda ishlash tartibi bilan tanishamiz.

Optik emission usullarda chiqarilayotgan nurlarning spektrini olish uchun atomlar qo'zg'atilgan holatga o'tkaziladi. Bu usullarda moddani atomlarga aylantirish va ularni qo'zg'atish uchun bitta qurilma, qo'zg'atish manbasi ishlatiladi. Atomlar qo'zg'atilganda, odatda ularning tashqi elektronlaridan bittasi yuqori energetik sathga o'tadi. Bunda ichki elektron orbitalarda joylashgan elektronlarni qarab chiqishga hojat yo'q. Masalan, litiy atomini qo'zg'atishda 2s sathda joylashgan elektrondan boshqa elektronlarni qarashning keragi yo'q. Atom qo'zg'atilganda bu elektron 2s sathdan yuqorida joylashgan ixtiyoriy sathga o'tadi. Bunday elektronga optik elektron deyiladi. Elektronni yuqori sathga o'tkazish uchun unga ma'lum bir aniq energiya berish lozim. Bu energiya qo'zg'atish potentsiali deyiladi

va u elektron-voltlar (eV) da o'lchanadi. Litiy atomi spektri qanday hosil bo'lishini qarab chiqsak, asosiy holatga eng yaqin joylashgan qo'zg'algan holat 2p holat bo'lib, elektronni bu holatga o'tkazish uchun unga 1.9 eV energiya berish kerak. Elektron bu sathdan qaytib o'z sathiga o'tganda to'lqin uzunligi 6708 Å bo'lgan elektromagnit nur (yorug'lik) chiqaradi. Agar litiyning hamma atomlariga shunday energiya berilsa, uning chiqarish spektrida faqat shu chiziqli bo'ladi.

Kvant mexanikasiga ko'ra faqat ba'zi sathlar orasidagina o'tishlar amalga oshadi, ba'zilar orasida esa o'tish mumkin bo'lmaydi. O'tishlar tanlash qoidasiga bo'ysunadi. Unga ko'ra o'tish bo'layotgan sathlarga tegishli bosh kvant sonlarining farqi Δn ($\Delta n = n_2 - n_1$) ixtiyoriy butun songa, azimutal kvant sonlarining farqi Δl esa ± 1 bo'lishi mumkin. Bu qoidaga ko'ra vodorod atomining elektroni 1s asosiy holatdan faqat istalgan p holatga o'tishi mumkin, ya'ni $1s \rightarrow np$ ($n \geq 2$), 2p — elektron esa ixtiyoriy s yoki d holatlarga o'tishi mumkin. Lekin u 1s dan 2s ga (yoki aksincha) o'ta olmaydi.

Sifat analizi. Atom emission analiz usuli (AES) atomlar tomonidan chiqarilgan juda ko'p spektral chiziqlarni bir vaqtda qayd qilish imkoniyatini berganligi uchun ham AES ko'p elementli analiz usuli hisoblanadi. Usulning bu muhim afzalligi uni namunaning tarkibida qanday elementlar borligini aniqlash, ya'ni sifat analizi uchun qo'llashga imkon beradi.

An'anaviy atomlash manbalari orasida sifat analizini o'tkazish uchun eng maqbuli yoy razryadi hisoblanadi. Birinchidan, yoy harorati ko'pchilik elementlarni atomlash va qo'zg'atish uchun yetarlidir, ikkinchidan, yoyning harorati uchqun razryadi va induktiv bog'langan plazmanikiga qaraganda past bo'lganligi uchun bunday qo'zg'atish usuli bilan olingan spektrda chiziqlar soni oz bo'ladi, bu esa o'z navbatida, chiziqlarni qaysi elementlar chiqarayotganini topishni osonlashtiradi. Yoy razryadining asosiy kamchiligi uning turg'un emasligidir, bu esa sifat analizini o'tkazishda katta rol o'ynamaydi, chunki sifat analizida chiziqlarning intensivligi emas, balki ularning to'lqin uzunliklari (chiziqli spektrdagi o'rni) ishlatiladi. Spektral chiziqlarning qaysi elementlarga tegishliligini aniqlash uchun birinchi navbatda, eng intensiv «oxirgi» chiziqlar ishlatiladi (chiziqlarni bunday nomlashining sababi, namunadagi elementning konsentratsiyasi kamayishi bilan bu chiziqlarning eng oxirida yo'qolishidir). Namunada elementning borligi juda ishonchli bo'lishi uchun spektrda unga tegishli bir necha chiziqli bo'lishi kerak.

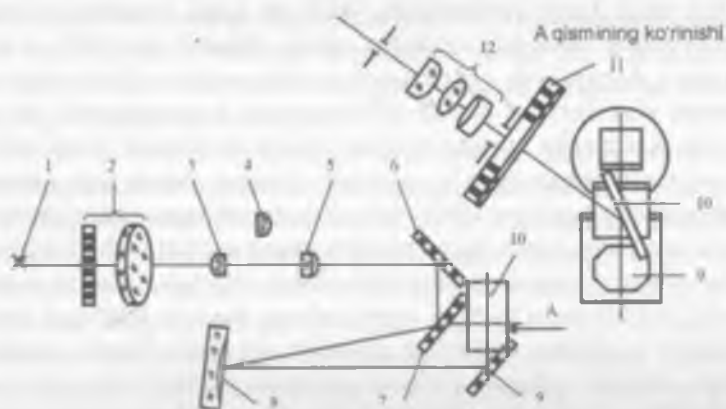
Miqdor analizi. AES usuli bilan miqdor analizi bajarilganda tashqi standart (darajalash chizmasi), ichki standart va qo'shimcha kiritish kabi usullar ishlatiladi. Qaysi usulning tanlanishi ehtimoli bo'lgan xalaqitlarning xarakteri va analiz qilinayotgan namunaning tabiatiga bog'liq. Namunaga qo'shimcha qo'shish usuli asosan fizik-kimyoviy xalaqit tug'dirayotgan bevosita multiplikativ xatoliklarni yo'qotishga imkon beradi. Lekin bu usul spektr chiziqlarining ustma-ust tushishi kabi additiv spektral xalaqitga qarshi kurashda o'ziga o'xshash nazardan faqat eritmalarni analiz qilgandagina, ya'ni alanga va induktiv bog'langan plazma atomizatorlarida qo'llash mumkin. Qattiq namunalarni yoy va uchqun razryadlari yordamida tekshirganda, undan foydalanib bo'lmaydi. Darajalash chizmasini tuzishda foydalaniladigan standart namunalarni analiz qilinuvchi namunaga o'zining fizikaviy holati va kimyoviy tarkibi bilan yaqin bo'lishi kerak.

Natijalarning takrorlanishini yaxshilash uchun AES da ichki etalon usuli keng qo'llaniladi. AES da ichki standart sifatida namunaning shunday tarkibiy qismi olinishi kerakki, uning miqdori darajalash chizmasini tuzish uchun o'lchanadigan hamma standart va analiz qilinayotgan namunalarda bir xil bo'lsin. Ko'pincha bunday modda o'rnida namuna negizini tashkil etuvchi elementning o'zi olinadi. Uning miqdorini hamma namunalarda taqriban 100 % deb olish mumkin, masalan, po'latni analiz qilganda, ichki etalon sifatida uning asosini tashkil qiluvchi temir olinadi. Namunalarda ichki etalon sifatida ishlatishga mos modda bo'lmasa, u hamma namunalarga maxsus kiritiladi. Ichki standart usulining mohiyati shundan iboratki, bunda analitik signal sifatida aniqlanayotgan element chizig'ining absolyut intensivligi o'rniga, bir vaqtda o'lchangan aniqlanadigan element (I) va ichki standartga tegishli (I_0) chiziqlar intensivliklarining nisbati I/I_0 olinadi. Bunday chiziqlar *justi gomologik just chiziqlar* deyiladi. Agar harorat va boshqalarning tebranishi I va I_0 qiymatlarga bir xil ta'sir qilsa, I/I_0 nisbat hisoblanganda, bu ta'sirlar bir-birini qoplaydi, bunda o'lchash natijalarining qayta takrorlanuvchanligi ancha yaxshilanadi. Gomologik chiziqlar justini tanlashda ularning energiya (to'lqin uzunliklari farqi $\Delta\lambda \leq 10$ nm) va intensivlik bo'yicha bir-biriga yaqin (farqi 10 martadan ko'p bo'lmasligi kerak) bo'lishi juda muhimdir.

5.3. SL-13 stiloskopining tuzilishi va ishlash tartibi

Fotometrik ponaga (klin) ega bo'lgan stiloskop SL-13 po'lat, rangli metallar qotishmasi va shuningdek, chiqarish spektrlari spektrning ko'rinish sohasida joylashgan namunalarning tarkibini aniqlash hamda ularning miqdorini baholash imkoniyatini beradi. Stiloskop katta aniqlikni talab qilmaydigan, qisqa vaqtda tez amalga oshiriladigan tahlillar o'tkazish uchun ishlatiladi. Bitta namunani barcha elementlar bo'yicha 2-3 daqiqada tahlil qilish mumkin.

Stiloskopning optik sxemasi va ishlash tartibi. Stiloskop yordamida o'tkaziladigan tahlil vaqtida analiz qilinayotgan namuna bilan stiloskopning doimiy elektrodi o'rtasida elektr yoyi yoki uchquni hosil qilinadi. Uning yorug'ligi uch linzali yoritgich orqali stiloskop tirqishiga yo'naltiriladi. Kuzatuvchi tahlil qilinayotgan qotishmaning spektrini okulardan ko'radi. Asbobning optik sxemasi 5.1-rasmda ko'rsatilgan.



5.1-rasm. SL-13 stiloskopining optik sxemasi:

1-yorug'lik manbai, 2, 3 va

5-uch linzali yoritish sistemasining linzalari, 6, 7, 9 va 10-yassi ko'zgular,

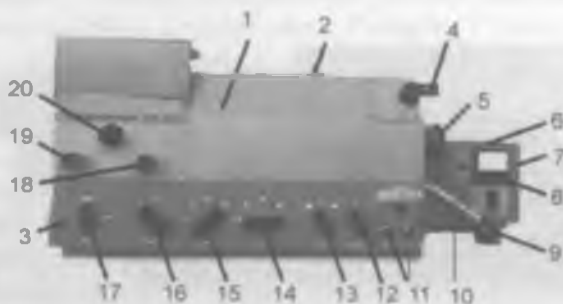
4-3 bilan almashtiriladigan linza, 8-difraktsion panjara,

11-fotometrik pona, 12-okulyar

Yorug'lik manbaini (elektr uchquni yoki yoyining) nuri uch linzali 2, 3, 5 yoritish tizimi va 6, 7 ko'zgular yordamida 8 difraktsion panjaraga yo'naltiriladi. Yoritish sistemasining 3 linzasini almashtirish mumkin.

U 4-linzaga almashtirilsa, yorug'lik manbaining aksi tirqishning yaqiniga tushadi. Bunday qilinganda, tirqishni yoritish intensivligi ortadi, bu esa o'z navbatida, qo'zg'atish qiyin bo'lgan elementlarni uchqunda qo'zg'atib tahlil qilish uchun eng qulay bo'lgan sharoit yaratadi. Difraksion panjara bir vaqtda ikki funksiyani, murakkab yorug'lik nurini spektrga ajratish va ularni okularning ko'rish maydoniga fokuslash vazifalarini bajaradi. Stiloskopda botiq shaklli hamda egri chiziqlarga ega bo'lgan o'zgaruvchan qadamli difraksion panjara ishlatilgan. Bunday panjarani qo'llash spektral chiziqlarning kamchiliklarini kamaytirishga imkon beradi. Spektral chiziqlarni okularning ko'rish maydonida siljitish uchun difraksion panjara tik o'q atrofida buriladi. Difraksion panjara hosil qilgan monoxromatik nurlarni 9, 10 yassi ko'zgular 12 okularning fokal tekisligiga yo'naltiradi. Okularning fokal tekisligi 11 fotometrik pona joylashgan tekislik bilan mos tushadi.

Stiloskopning tuzilishi. Stiloskop quyidagi asosiy qismlardan iborat: optik elementlar joylashgan 1 qism, 3 generator va elektr razryaddagi tok kuchining kattaligini o'zgartiradigan qo'shimcha 6 qism (5.2-rasm).



5.2-rasm. SL-13 stiloskopi va qo'shimcha manbaining old tomondan ko'rinishi:

1-ashobning optik qismlari joylashgan gavdasi; 2-spektr intensivligini sozlash uchun dasta; 3-ashobning generator joylashgan qismi; 4-okuyarning kattalashtirishini o'rnatuvchi va fotometrik ponani siljituvchi dasta;

5-difraksion panjarani burash maxovigi; 6-generatorga qo'shimcha manba; 7-tok kuchini o'zgartiruvchi dasta; 8-ampmetr; 9-generatorni va qo'shimcha manbani ulash simi; 10-ashobni elektr manbasiga ulash simi; 11-elektr razryadini ulash va o'chirish tugmalari; 12-yondiruvchi impulsar sonini o'rnatuvchi dasta; 13-impulsar fazasini o'rnatuvchi dasta; 14-generator konturi sig'imini o'rnatuvchi dasta; 15-kontur induktivligini o'rnatuvchi dasta; 16 va 17-yorug'likning har xil manbalarini (yonish rejimini) hosil qilish uchun ishlatiladigan dastalar; 18-doimiy elektrodning holatini o'zgartirish dastasi; 19-optik o'qqu perpendikular yo'nalishda siljitish va 20-aylantirish uchun dastalar

Optik elementlar joylashgan qism yoritish sistemasi, spektral tirqish, difraksion panjara, burash ko'zgulari va okularning qalpoqchasini o'z ichiga oladi. Ularning barchasi 1 gavdaning ichiga joylashgan. 2, 3, 4, 5 kondensorlardan tashkil topgan yoritish sistemasi 1 kronshteyn va gardishga (3-rasm) o'rnatilgan.

Kengligi doimiy va 0,015 mm ga teng bo'lgan tirqish yoritish sistemasining 3 (1-rasm) linzasiga yelim bilan yopishtirilgan shisha plastinkaga chizilgan. Difraksion panjara asbobning asosiga mahkamlangan.

Okularning ko'rish maydonida hosil bo'ladigan rangli spektrni chap yoki o'ngga siljitish difraksion panjarani buruvchi 5 maxovik (2-rasm) yordamida amalga oshiriladi. Maxovik har birining qiymati 5 nm ga teng bo'lgan shkala o'yilgan barabanga ulangan. Burash ko'zgulari va shkalasi bo'lgan fotometrik pona hamda okular kronshteynga joylashtirilgan. Spektrning intensivligi 2 (5.2-rasm) dasta orqali boshqariladi.



5.3-rasm. SL-13 stiloskopining orqa tomonidan ko'rinishi:

1-kronshteyn va flans; 2-namunalarni buyum stoliga qisuvchi qisqich;
3-namuna qo'yiladigan stolcha; 4-namuna qo'yilgan stolchani yopadigan
qopqoq; 5-doimiy elektrod joylashtirilgan kameraning eshikchasi; 6-doimiy
elektrod

Dastaning 1 raqamiga to'g'rilangan holati, yorug'lik manbaining aksini tirqishning orqasiga undan 33 mm uzoqda joylashgan nuqtaga to'g'rilashga mos keladi. Spektrlarni o'rganish qulay bo'lishi uchun tasvirni kattalashtirishi har xil bo'lgan ikkita okular ishlatiladi. Kattalashtirishi 20 bo'lgan okular chiziqlar soni ko'p bo'lgan spektrlarni (masalan, po'lat), kattalashtirishi 13 bo'lgan okular esa rangli metallarning spektrlarini

o'rganish uchun ishlatiladi. Spektr tasvirlangan tekislikning o'rtasiga spektral chiziqlarning uzunligi bo'ylab yo'nalgan tor yo'lak (qalinroq qora chiziq) ko'rinishiga ega bo'lgan fotometrik pona joylashtirilgan. Ponani siljitish 4 dasta yordamida (2-rasm) amalga oshiriladi, hisob okularning shkalasidan olinadi. Fotometrik pona ishlatilmagan hollarda 4 dasta yordamida okularning kattalashtirishiga qarab tegishli diafragma qo'yiladi. Buning uchun dastadagi tegishli kattalashtirish raqami qarshisidagi chiziqni gavdadagi chiziq qarshisiga qo'yish kerak. Asbob ustki qismining chap tomonida o'rganilayotgan namunani o'rnatish uchun stolcha joylashgan. Stolcha o'rtasidagi tirqishning ostiga disk shaklidagi 6 doimiy elektrod (3-rasm) (mis yoki temir) o'rnatilgan. Elektrod tutqichini 18 dasta (2-rasm) yordamida pastga yoki yuqoriga, 19 dasta yordamida optik o'qqa tik yo'nalishda siljitish, disk shaklidagi elektrod ishlatilgan holda uni 20 dasta yordamida aylantirish mumkin. Gavdaning shu qismiga zaryadlovchi plastinkalar joylashtirilgan. Plastinkalar orasidagi masofani bir tekisda o'zgartirish orqali uchqun yoki yoyning ishlashini turg'unlashtirish mumkin. Bu 1 maxovikni (5.4-rasm) aylantirish orqali amalga oshiriladi. Elektrodni almashtirish va texnik ko'rikdan o'tkazish 5 eshikchani (5.3-rasm) ochish orqali amalga oshiriladi. Kichik namunalarni stolchaga o'rnatish uchun 2 tutqich (5.3-rasm) ishlatiladi. Namuna o'rnatiladigan stolcha 4 g'ilof (5.3-rasm) bilan yopiladi. Katta o'lchamli buyumlarning spektri tahlil qilinganda g'ilof ochib qo'yiladi. Namuna bilan doimiy elektrod orasidagi masofani o'zgartirish uchun uch xil shablon ishlatiladi. Oldin namunaning o'miga shablon qo'yiladi va doimiy elektrod unga tekkuncha ko'tariladi, so'ngra uning o'miga namuna o'rnatiladi. Yorug'lik manbaini hosil qiluvchi kuchlanish doimiy elektrodga yuqori kuchlanishga mo'ljallangan sim yordamida tutqichning kronshteyndagi tutashtirgichi orqali, stolchaga o'rnatiladigan namunaga esa asbobning yerga ulangan gavdasi orqali uzatiladi.

Generator. Generator quyma metallardan iborat bo'lib (5.4-rasm) unga 7 kuchlanish transformatori, 3 impuls transformatori, 6 induktivlik g'altagi, 2 qarshiliklar bloki, 5 kondensatorlar bloki va boshqa qismlar joylashgan. Generatorning boshqarish qismlari gavdaning old tomoniga chiqarilgan. Stiloskopning generatori ustiga optik elementlari joylashgan qismi boltlar va vintlar yordamida o'rnatilgan.

Elektr razryaddagi tokning kattaligini o'zgartiruvchi qo'shimcha manba. Qo'shimcha manbaning umumiy ko'rinishi 5.5-rasmda ko'rsatilgan. Unda quyidagilar joylashgan: reostat 2, transformator 1, kondensatorlar bloki 4, qayta ulagich 5, magnitni ishga tushirgich 3. Qo'shimcha manba generatorga maxsus sim orqali ulanadi.



5.4-rasm. SL-13 stiloskopi generatorining ko'rinishi:
1-elektrodlarni zaryadsizlantiruvchi qoplamalarni oralig'ini o'zgartiruvchi maxovik; 2-qarshiliklar to'plami (bloki); 3-impuls transformatori; 4-generatorning korpusi; 5-kondensatorlar to'plami; 6-induktivlik g'altagi; 7-kuchlanish transformatori; 8-fotometrik pona ishlatilganda raqamlar yozilgan shkalani yoritish uchun ishlatiladigan yoritgichni yoquvchi ruchka



5.5-rasm. SL-13 stiloskopi generatorining qo'shimcha elektr manbaining umumiy ko'rinishi:
1-transformator, 2-reostat, 3-magnit ulovchi, 4-kondensatorlar to'plami, 5-ampmetr shkalasini o'zgartiruvchi dasta

Stiloskopda ishlash tartibi. Doimiy mis elektrod sirtining bir qismi jilvir qog'ozi yordamida tozalanadi. Buning uchun u yuqoriga ko'tarilib aylantiriladi. Tekshirilayotgan metall

namunasi yuzasining bir qismi ham egov yoki jilvir qog'oz bilan tozalanadi. Shablon yordamida doimiy elektrod va namuna orasidagi masofa o'rnatiladi. Shablon olinib, uning o'rniga tozalangan tomoni mis elektrodga qaratib, namuna o'rnatiladi va qisqich yordamida stolchaga berkitiladi. Shundan so'ng generator yoy yoki uchqun maromiga (qo'yilgan masalaga mos ravishda) tokka ulanadi.

Generatorni yoy maromida tokka ulash tartibi. Namuna o'rnatilgan stolchani g'ilofi yopiladi. Qo'shimcha manbaning 5 (5.5-rasm) dastasi buralib, 5 raqamiga to'g'rilanadi. Qo'shimcha manbaning o'ng tomonidagi dastasi soat strelkasi yo'nalishi bo'yicha oxirigacha buraladi. Bu vaqtda reostatning qarshiligi eng katta, undan o'tayotgan tok kuchi esa eng kichik bo'ladi. Gardishga kattalashtirishi 13,5 bo'lgan okular o'rnatiladi. «ФАЗА» yozuvli 13 dastani (5.2-rasm) 90° ga, «КОЛИЧЕСТВО ИМПУЛЬСОВ» yozuvli 12 dasta 1 raqami to'g'risiga, «ЕМКОСТЬ» yozuvli 14 dasta 0 raqami to'g'risiga, «КОМБИНИРОВАННЫЙ РАЗРЯД» yozuvli 16 dasta 11 raqami to'g'risiga, 17 dasta «ВЫКЛ» holatiga, «ИНДУКТИВНОСТЬ» yozuvli 15 dasta 10 raqami to'g'risiga o'rnatiladi. Generatorning old tomonidagi «ПУСК» yozuvli qora tugmachasi bosiladi. Bu vaqtda elektrodlar orasida yoy razryadi hosil bo'ladi. Yoyning turg'un razryadi 1 maxovik (5.4-rasm) yordamida sozlanadi.

Spektrning tekshirilayotgan qismi okular ko'rish maydonining o'rtasiga 5 dasta (5.2-rasm) yordamida to'g'rilanadi. Okularning gardishini burab ko'rinayotgan spektral chiziqlarning eng tiniq va ravshanligiga erishiladi. So'ngra spektrni o'rganishga hamda namunadagi elementlarning miqdorini baholashga kirishiladi.

Eslatma. Diqqat! Generatorning qopqoqlarini ochish va stolcha ustidagi namunani almashtirish faqat asbob o'chirilgan holatda bajarilishi kerak. Generator uch daqiqa davomida to'xtovsiz ishlatilgandan so'ng «STOP» (qizil) tugmachasini bosib o'chiriladi. Uch-besh daqiqa tanaffusdan so'ng generatorni qayta ulash mumkin. Spektral chiziqlarni atlas bilan solishtirib o'rganish va to'liq uzunligi ma'lum bo'lgan spektral chiziqni ajratish vaqtida yorug'lik manbasi hosil qilayotgan tokning eng kichik qiymatlaridan foydalanish kerak.

5.4. Atomlarning chiqarish spektrlariga doir sifat analizi o'tkazish

Chiqarish spektrlari asosida namuna tarkibidagi elementlarning sifat analizi spektrdagi shu elementga xos chiziqlarning borligini aniqlash bilan bog'liq. Buning uchun spektral chiziqlarning to'liq uzunligini o'lchash shart emas. Sifat analizini amalga oshirish uchun namunaning spektri spektral chiziqlari tanish bo'lgan biror elementning spektral chiziqlari bilan taqqoslanadi. Sifat analizining muvaffaqiyati ko'p jihatdan spektrning qanday olinganligiga bog'liq. Bunda yorug'lik manbaini tanlash, namunani yorug'lik manbaiga qanday kiritish, spektral asbob va analiz qilish uchun tegishli spektral chiziqlarni tanlash muhim ahamiyatga ega. Elementga xos spektral chiziqning namuna spektrida bo'lmasligi, shu elementning namunada yo'qligidan emas, balki uning namunadagi miqdori usulning sezgirlik darajasidan pastligi sababli bo'lishi mumkin. Shu bois sifat analizida talabga javob beradigan usulni tanlash muhimdir. Bunda tanlangan usulning sezgirligi katta ahamiyatga ega bo'lib, u tarkibi aniq bo'lgan namunalarni analiz qilish orqali aniqlanadi.

Spektral chiziqlarning to'liq uzunligini topish va tegishli elementni aniqlash. Sifat analizidagi eng qiyin ish namunaning spektrini «o'qish»dir. Buni amalga oshirish uchun taqqoslash spektri bo'lmish temir spektridan foydalaniladi. Temirning chiqarish spektri juda yaxshi o'rganilgan. Spektrni «o'qish» uchun bitta fotografik plastinkaga Gartman diafragmasi yordamida o'rganilayotgan namuna va temirning spektrlari yonma-yon qilib tushiriladi. Fotografik plastinkaning yorug'likka sezgir modda surtilgan tomoni yuqoriga qaratib spektroproyektorning buyum stoliga o'rnatiladi. Uning ekraniga esa temir spektrining surati tushirilgan atlasdan tegishli planshet (temir spektrining ma'lum qismi tushirilgan fotografik qog'oz) qo'yiladi. So'ngra temir spektrining tekshirilayotgan spektral chiziq joylashgan qismi va uning tegishli planshetdagi spektri ekranga o'zaro ustma-ust tushiriladi. Spektrni «o'qish»ning asosiy masalasi to'liq uzunliklarning shkalasi sifatida xizmat qiladigan temir spektri bilan namuna spektrini taqqoslashga asoslangan.

Shu bois temirning spektrini yaxshi bilish talab etiladi. Bunga erishish uchun spektroproyektorning ekraniga 20 marta kattalashtirib tushirilgan temir spektrining maxsus atlasdagi shunday spektrlari

bilan mos kelishi tez va aniq topilishi kerak. Ishni osonlashtirish uchun temir spektrining turli qismlarida joylashgan ba'zi xarakterli, ajralib turadigan chiziqlar gruppasini eslab qolish foydalidir. Temir spektrining xarakterli chiziqlarini o'z ichiga olgan ba'zi gruppalari 5.1-jadvalda keltirilgan.

5.1-jadval

Temir spektridagi ajralib turadigan, xarakterli chiziqlarning gruppalari

№	Plan-shetning raqami	Spektrning qismi, Å	Izoh
1	5-6	2259,3-2260,9	uch chiziqdan iborat grupp
2	7	2343,5-2344,3	uchta intensiv chiziqdan iborat grupp
3	8	2410,5; 2411,1	intensivligi teng bo'lgan ikkita chiziq
4	10	2562,5; 2563,5	ikkita intensiv chiziq
5	11	2598,4; 2599,6	intensivligi taxminan teng bo'lgan ikkita sezgir (konsentratsiyaga) chiziq
6	13	2866,6-2869,3	to'rtta chiziqdan iborat grupp
7	15	3016,2-3021,1	to'rtta chiziqdan iborat grupp
8	15	3057,5-3100,7	oltitasining orasidagi masofa bir-biriga teng bo'lgan yettita intensiv chiziqdan iborat grupp
9	16	3219,9-3225,8	uchta intensiv chiziq
10	17	3366,8-3384,0	o'rtacha intensivlikdagi uchtdan chiziqqa ega bo'lgan ikki grupp
11	20	4045,8-4071,8	uchta intensiv chiziq
12	21	4873,0-4959,0	to'rtta intensiv chiziq
13	23	6393,5-6430,9	bir-biridan teng masofada joylashgan beshta chiziq

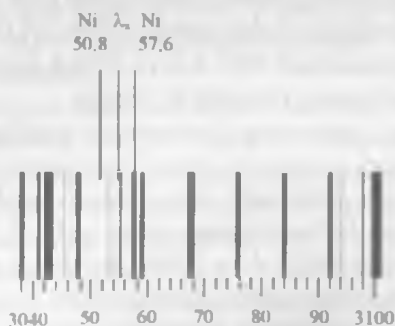
Noma'lum moddaning tarkibini chiqarish spektri orqali aniqlash. Noma'lum moddada qaysi elementlar borligini aniqlash uchun uning spektridagi chiziqlarning to'liq uzunliklari spektral atlas yordamida topiladi. Buning uchun namunaning aniqlanayotgan chizig'i bilan ustma-ust tushgan planshetdagi chiziq topiladi va planshetdagi shu chiziqning to'liq uzunligi hamda qaysi elementga tegishligi baholanadi. Biroq bundan noma'lum modda spektridagi chiziq planshetdagi ustma-ust tushgan chiziqning kutilayotgan kimyoviy elementga tegishli ekanligi haqida xulosa qilib bo'lmaydi. Chunki, atlasda spektr chizig'ining intensivligi katta bo'lgan elementlarga belgilangan. Shuning uchun planshetda belgilangan chiziq ustiga

tekshirilayotgan spektrda intensivligi past bo'lgan va shu bois planshetda belgilanmagan boshqa kimyoviy element chizig'ining ustma-ust tushib qolish ehtimoli yo'q emas. Binobarin, yuqorida bayon qilingan noma'lum spektrni «o'qish»ning birinchi bosqichi spektr chizig'ining to'lqin uzunligini topish (spektrografning chiziqli dispersiyasiga bog'liq bo'lgan oraliqdan iborat (balki bu chiziq planshetda ko'rsatilgan kimyoviy elementga tegishli bo'lishi mumkin). Shundan so'ng spektrni «o'qish»ning eng qiyin va mas'uliyatli qismi boshlanadi. Bu bosqichda shu chiziqlarning qaysi elementga tegishli ekanligini aniq topish kerak. Buning uchun planshetda ko'rsatilgan elementdan tashqari, qaysi elementlarning to'lqin uzunliklari yaqin bo'lgan chiziqlari borligi va ularning ustma-ust tushish ehtimoli tadqiq qilinadi. Aniq tadqiq qilishda esa spektr chiziqlarning jadvaliga (Зайдель А.Н., Прокофьев В.Е., Райский С.М., Славний В.А., Шрейдер Е.Я. Таблицы спектральных линий. Справочник. — М., 1977; bundan keyin «Ma'lumotnoma») murojaat qilmoq kerak. Jadvaldan to'lqin uzunligi aniqlanayotgan chiziqqa mos tushuvchi yoki yaqin bo'lgan hamma kimyoviy elementlar yozib olinadi. Yuqoridagi jadvaldan ko'rinish turibdiki, to'lqin uzunliklarning ixtiyoriy kichkina oralig'ida har xil elementlarning to'lqin uzunliklari bir-biriga juda yaqin bo'lgan ko'p chiziqlari yotadi. Bu spektral chiziqlarning to'lqin uzunliklari angstromning o'ndan bir, hatto yuzdan bir ulushiga farq qiladi xolos. Analiz uchun odatda qo'llaniladigan spektral asboblarda bu chiziqlarni alohida-alohida ajratib ko'rish imkonini bermaydi. Jadvaldan elementlarni yozib olishda aniqlanayotgan chiziq atrofida to'lqin uzunliklarining qanday oralig'ini qamrab olish kerak, degan savol tug'iladi. Bu savolga javob berish uchun spektrlarning surati tushirilgan asbobning ajratib ko'rsata olish qobiliyatini bilish kerak. Buning uchun temir spektridagi intensivligi past bo'lgan va bir-biriga juda yaqin turgan ikkita chiziq olinadi. Bu chiziqlar to'lqin uzunligi aniqlanayotgan chiziqqa yaqin joyda joylashgan bo'lishi kerak. Bu holda ularning to'lqin uzunliklari orasidagi farq $\Delta\lambda$ spektrning shu qismi uchun spektral asbobning ajratib ko'rsata olish kuchini xarakterlaydi. Demak, jadvaldan to'lqin uzunliklari o'rganilayotgan chiziqlarning ikkala tomonida oraliqda joylashgan elementlar nomlarini yozib olish kerak. Shundan so'ng spektrni olishda ishlatilgan yorug'lik manbaida qo'zg'almaydigan, hamda namuna tarkibida bo'lish ehtimoli kam bo'lgan (masalan, nodir va kam uchraydigan metallar) elementlar ro'yxatdan o'chiriladi.

To'lqin uzunligi aniqlanayotgan spektral chiziqlarning ma'lum elementga tegishliligini aytish uchun quyidagicha fikr yuritiladi. Agar shu chiziq ma'lum bir elementga tegishli bo'lsa, spektrda shu elementning

intensivligi bundan kattaroq yoki kichikroq bo'lgan boshqa chiziqlari, hech bo'lmaganda, uning «oxirgi» chiziqlari albatta bo'lishi kerak. Shuningdek, ularning intensivliklari nisbati jadvalda ko'rsatilganiday bo'lishi kerak. Shuni nazarda tutmoq kerakki, bu elementlarning spektral chiziqlari orasida albatta uning «oxirgi» chiziqlari ham bo'lmog'i kerak. Hatto shu aniqlanayotgan chiziq «oxirgi» chiziqlardan biri bo'lganda ham spektrda albatta intensivligi bundan kam bo'lmagan boshqa «oxirgi» chiziqlar bo'ladi. Bundan ko'rinib turibdiki, qo'yilgan masalani yechish uchun spektral chiziqlar jadvalidan namunada borligi gumon qilinayotgan elementning muayyan yorug'lik manbaida qo'zg'atiladigan 2-3 ta «oxirgi» chizig'ining to'lqin uzunligini yozib olish va ularni shu spektrdan topishga harakat qilish kerak. To'lqin uzunligi aniqlanayotgan chiziq qaysi elementga tegishli deb gumon qilinayotgan bo'lsa, u o'sha elementga tegishli bo'lishi mumkin. Aniqroq tasavvur hosil qilish uchun quyida spektrlarni atlas yordamida «o'qish»ga oid bir nechta misollar keltiramiz.

Birinchi misol. Faraz qilaylikki, bir qismi 5.6-rasmda keltirilgan spektrni «o'qish» kerak bo'lsin. Spektrda λ_{Ni} harfi bilan belgilangan chiziq qaysi elementga tegishli ekanligini topishga harakat qilamiz. Bu spektr ISP-28 spektrografi yordamida o'zgaruvchan tok generatori hosil qilgan yorug'likning yoy holatidagi manbasiga kiritilgan namunadan olingan. Spektrni «o'qish» uchun spektral chiziqlar atlas (Калинин С.К., Явнел А.А., Алексеева А.И. и др. «Атлас спектральных линий для кварцевого спектрографа», 1959; bundan keyin «Атлас»)dan foydalanamiz. Birinchi navbatda namunaning to'lqin uzunligi aniqlanishi kerak bo'lgan chizig'iga yaqin joyda temir spektrining qaysi xarakterli gruppasi (5.1-jadvalda ko'rsatilgan) joylashgani aniqlanadi.



5.6-rasm. Birinchi misolga tegishli temir spektrining bir qismi

Bu chiziqlarning yaqinida to'liq uzunliklari 3057,5 Å dan 3100,7 Å gacha oraliqda yettita intensiv chiziqdan iborat xarakterli gruppaga joylashgan. Demak, spektrni «o'qish» uchun atlasdan shu chiziqlarni o'z ichiga olgan №15 planshetni tanlaymiz (2990 Å dan 3140 Å gacha). Spektrni «o'qish» usullari bilan tanishish uchun ushbu planshetdan foydalaniladi.

Spektroprojektor ekraniga tushayotgan va taqqoslash uchun ishlatiladigan temir spektrining tasviri planshetdagi spektr surati bilan ustma-ust tushsin. Bu holda noma'lum chiziq planshetda ko'rsatilgan to'liq uzunligi 3054,3 Å ga teng bo'lgan nikel elementining spektral chizig'i bilan mos tushadi.

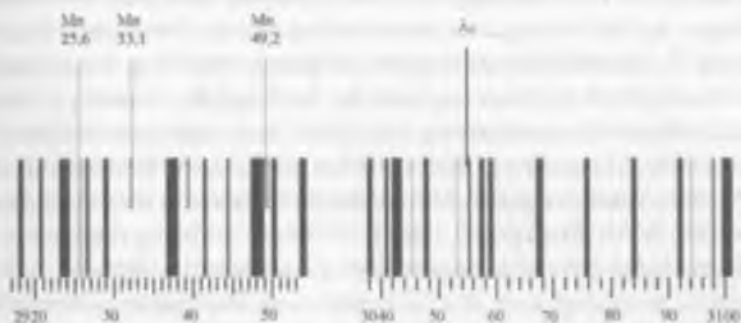
Shu yo'l bilan noma'lum chiziqlarning to'liq uzunligi birdaniga topiladi, u 3054,3 Å ga yoki undan bir nechta o'ndan bir ulushga farq qiluvchi songa teng. Bu chiziq qaysi elementning chiqarish spektriga to'g'ri kelishini topamiz. Buning uchun quyidagicha fikr yuritish tabiiy:

1. λ_x chiziq nikelning spektriga qarashli.
2. λ_x chiziq intensivligi past bo'lgani uchun planshetda belgilanmagan boshqa elementning spektriga tegishli.
3. λ_x chiziq nikel va boshqa elementning ustma-ust tushayotgan chizig'i bo'lishi mumkin.

Juda oddiy bo'lgan birinchi taxminning to'g'riligi tekshiriladi. Bunda noma'lum chiziqlarning nikelga tegishli yoki tegishli emasligi baholanadi. Agar shu chiziq nikelga tegishli bo'lsa, u holda spektrda nikelning boshqa intensiv chiziqlari ham bo'ladi. Shundan so'ng spektrdan nikelning boshqa chiziqlari axtariladi. Bunday chiziqlarning to'liq uzunliklarini topish uchun (Ma'lumotnoma)dan foydalaniladi. Jadvaldan nikelga tegishli 3054,3 Å chiziqlarning ikkala tomonida to'liq uzunliklari 3057,6 Å va 3050,8 Å bo'lgan nikelning yana ikkita intensiv chizig'i borligi ko'rinadi.

Tekshirilayotgan spektrning (5.6-rasm) ko'rsatilgan joylarida shu chiziqlar borligini planshet orqali topamiz. Bu chiziqlar intensivliklarining nisbati ham planshetda va jadval (Ma'lumotnoma)da ko'rsatilganiga mos tushadi, ya'ni 3054,3 Å chiziqlarning intensivligi 3057,6 Å va 3050,8 Å chiziqlarnikidan pastdir. Bundan λ_x chiziq nikelga tegishli ekanligi kelib chiqadi.

Ikkinchi misol. 5.7-rasmda keltirilgan spektrdagi λ_x chiziqlarning to'liq uzunligi va uning qaysi elementga tegishligi topiladi.



5.7-rasm. Ikkinchi misolga tegishli spektr

Bu chiziqlarning yaqinida joylashgan temir spektrini kuzatsak, undan to'liq uzunliklari 3057,5 Å dan 3100,7 Å gacha bo'lgan oralqida joylashgan yettita intensiv chiziqdan iborat xarakterli grupp borligi ko'rinadi. Demak, № 15 planshet va 5.7-rasmdagi spektrlar mos tushirilsa, noma'lum chiziqlarning to'liq uzunligi 3054,3 Å bo'lgan nikelga tegishli ekanligi ko'rinadi. Birinchi misoldagi mulohazalarni takrorlab, 7-rasmdagi spektrda to'liq uzunliklari 3057,6 Å va 3050,8 Å bo'lgan nikelga tegishli chiziqlarning yo'qligi ma'lum bo'ladi. Bundan 3054,3 Å li chiziq nikeldan boshqa elementga tegishli, degan xulosa kelib chiqadi. Bu chiziqlarning qaysi elementga tegishligini topish uchun (Ma'lumotnoma) jadvaldagi spektral chiziqlarning to'liq uzunliklari ortib borish tartibida joylashtirilgan qismidan foydalaniladi. Lekin bundan oldin spektr qayd qilingan asbobning 3054,3 Å li chiziq joylashgan qismining ajratib ko'rsata olish qobiliyatini aniqlash kerak bo'ladi. Boshqacha qilib aytganda, bu spektrda yana qaysi elementlarning chiziqlari ustma-ust tushishi mumkinligi aniqlanadi.

Tekshirilayotgan misol uchun asbobning ajratib ko'rsata olish xususiyatini temirning 3100,30 Å va 3100,67 Å chiziqlari orqali topish mumkin. Bu chiziqlarning to'liq uzunliklari $\Delta\lambda=0,36$ Å ga farq qiladi. Shunday qilib, ma'lumotnomadan to'liq uzunliklarini olishda 3054,3 Å li chiziqlarning ikkala tomonida undan $\Delta\lambda/2=(\pm 0,18)$ Å uzoqlikda turgan chiziqlar bilan qanoatlanish mumkin. Spektrning aynan shu chiziqni o'z ichiga olgan qismi 5.2-jadvalda keltirilgan.

Bu ro'yxatdagi elementlardan ba'zilarini quyidagi sabablarga ko'ra birdaniga chiqarib tashlash mumkin. Spektrni olish uchun ishlatilgan yorug'lik manbaida bu elementlar yaxshi qo'zg'almaydi

va shunga ko'ra ularning spektral chiziqlari spektrda bo'lmaydi. Shunga ko'ra, ro'yxatdan selen va vanadiyni o'chiramiz, chunki yorug'lik manbai sifatida yoy ishlatilganda, ularning 5.2-jadvalda ko'rsatilgan chiziqlari spektrda bo'lmaydi. Nodir va kam uchraydigan elementlarning chiziqlari ham spektrda bo'lmaydi. Faraz qilaylik, nodir yer elementlari namunada bo'lmasin, u holda ro'yxatdan seriy va gafniy ham o'chiriladi. Demak, ro'yxatda faqat Co, Al, W va Mn qoladi. Endi 3054,3 Å li chiziqliq mazkur to'rt elementning qaysisiga tegishlilikini aniqlaymiz. Buning uchun birinchi misoldagi kabi shu elementlarning har birining intensivligi kattaroq bo'lgan boshqa chiziqlarini topish kerak. Atlasdan va ma'lumotnomadan foydalanib, spektrning o'rganilayotgan qismida aluminium va kobaltning intensivligi kattaroq bo'lgan chiziqlari borligi topiladi. Bular 3082,15 Å (Al) va 3061,82 Å (Co) chiziqlardir. Xuddi shunday spektrda volfram va manganetsning intensiv chiziqlari bo'lishi kerak. Tekshirish natijasida 2944,40 Å va 2946,98 Å (W) hamda 2949,21 Å, 2933,06 Å va 2925,57 Å (Mn) chiziqlar topiladi.

5.2-jadval

Manganetsning to'liq uzunligi 3054,96 Å bo'lgan chizig'i joylashgan jadvali

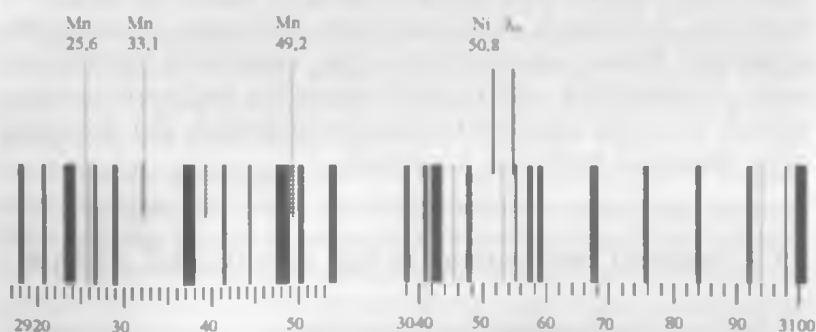
Kimyoviy elementning belgisi	Spektr chizig'ining to'liq uzunligi, Å	Chiziqlarning shartli birliklardagi yorqinligi	
		Yoy	Uchqun
Co	3054,72	60	0
Al	3054,68	20	10
Ce	3054,61	2	0
Hf	3054,53	15	15
Ce	3054,44		
Mn	3054,96	75	40
Ni	3054,32	400	100
Se	3054,27	0	(20)
V	3054,24	0	5
Co	3054,13	28	8
W	3054,01	9	8

Aluminium va kobaltning chiziqlari № 15 planshetda, volfram va manganetsniki esa № 14 planshetda joylashgan. № 15 planshetdan foydalanib, u 5.7-rasmdagi temir spektri bilan ustma-ust tushiriladi.

Rasmdan ko'rinib turganidek, planshetning 3082,15 Å va 3061,82 Å chiziqlariga mos keluvchi joylarida aluminii va kobaltga tegishli chiziqlar yo'q. Shuning uchun o'rganilayotgan 3054,3 Å chiziq aluminiiyga ham kobaltga ham tegishli emas. So'ngra № 14 planshetni 5.7-rasm ustiga qo'yib, u temirning chiziqlariga mos tushiriladi. Bunda namunaning 5.7-rasmda keltirilgan spektrida volframga tegishli chiziqlar yo'qligi ko'rinadi. Shu planshetdan foydalanib, marganetsning uchta intensiv chizig'i 2949,21 Å, 2933,06 Å va 2925,57 Å borligi topiladi. Shunday qilib, 3054,3 Å chiziq marganetsga tegishli ekan.

Uchinchi misol. 5.8-rasmda ko'rsatilgan namunaning spektridagi λ_x chiziqning to'lqin uzunligi va qaysi elementga tegishli ekani topiladi.

Birinchi misoldagidek № 15 planshetni temir spektri bilan ustma-ust tushirib, noma'lum chiziq to'lqin uzunligining 3054,3 Å ekanligi va bu chiziqning nikelga tegishligi aniqlanadi. Spektrda to'lqin uzunliklari 3057,6 Å va 3050,8 Å bo'lgan nikelga tegishli boshqa intensiv chiziqlar ham borligi ko'rinadi. Lekin ularning intensivligi birinchi misoldagidan farqli bo'lib, 3054,3 Å chiziqning intensivligidan past. Bu esa spektrda nikelning chizig'i ustiga to'lqin uzunligi unga yaqin bo'lgan boshqa elementning chizig'i tushayapti, deb taxmin qilinadi. Bu taxminning to'g'riligini tekshirish uchun ikkinchi misoldagidek mulohaza yuritiladi va o'rganilayotgan spektrda marganetsning to'lqin uzunliklari 2949,21 Å, 2933,06 va 2925,57 Å bo'lgan chiziqlari borligiga ishonch hosil qilinadi.



5.8-расм. Uchinchi misolga tegishli spektr

Spektrda boshqa elementlarning chiziqlari esa yo'q. Bundan 3054,3 Å chiziq marganetsning 3054,36 Å va nikelning 3054,32 Å chiziqlarining ustma-ust tushishidan hosil bo'lgan, degan xulosa kelib chiqadi.

Ishni bajarish tartibi. Laborantdan temir va namunaning chiqarish spektrlari tushirilgan spektral plastinka va temir spektrining atlasini olinadi. Plastinkaning spektr tushirilgan tomoni yuqoriga qaratilib, spektroproyektorning tegishli ramkasiga o'rnatiladi va ekranga spektrning tasviri tushiriladi. Agar spektrning ekrandagi tasvirida chiziqlarning to'lqin uzunligi chapdan o'ngga qarab ortib borsa, plastinka to'g'ri o'rnatilgan bo'ladi (bu ishning amalga oshirish tartibi spektroproyektorning yo'riqnomasida batafsil bayon qilingan). Temir spektrining 5.1-jadvalda ko'rsatilgan xarakterli gruppalari ekrandagi tasvir va planshetdagi suratlarni taqqoslash asosida o'rganib chiqiladi. Namunaning spektridan to'lqin uzunligi aniqlanishi kerak bo'lgan chiziqlar joylashgan qismi belgilanadi. Ekrandagi temir spektrining tasviri tushirilgan planshet topiladi. Planshet ekran ostiga shunday joylashtirilishi kerakki, temir spektridagi va planshetdagi bir xil to'lqin uzunlikka ega bo'lgan spektral chiziqlar ustma-ust tushsin. Shunda namunaning aniqlanayotgan chizig'i bilan ustma-ust tushgan planshetning chizig'i topiladi va shu chiziqning to'lqin uzunligi hamda qaysi elementga tegishli ekanligi baholanadi. Shu yo'l bilan namuna spektrining turli qismlarida joylashgan 20—25 ta spektral chiziqning to'lqin uzunligi aniqlanadi. Namunaning aniqlanayotgan spektral chizig'i joylashgan qismi uchun spektr tushirilgan asbobning $\Delta\lambda$ ajratib ko'rsata olish xususiyati aniqlanadi. Aniqlanayotgan chiziqdan $\Delta\lambda$ masofada joylashgan spektral chiziqlarning to'lqin uzunliklari, elementning nomi, atomlashtirish usuli va nisbiy intensivligi ma'lumotnomadan olinadi. Yuqorida keltirilgan misollardan foydalanib, shu chiziqning qaysi elementga tegishliligi aniqlanadi.

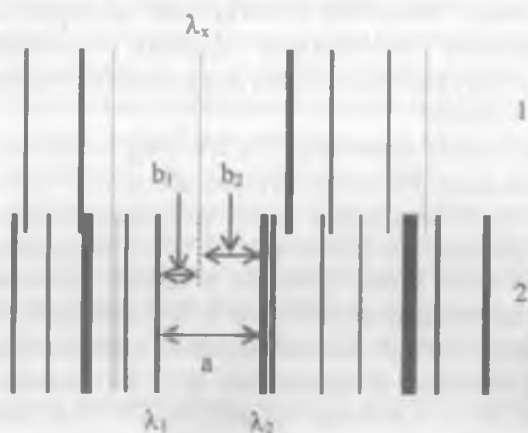
5.5. Spektral chiziqlarning to'lqin uzunliklarini o'lchash

Spektral chiziqlarning to'lqin uzunliklarini o'lchash chiziqlarning to'lqin uzunligi bilan ular orasidagi masofaning bog'liqligiga asoslangan. Spektral chiziqlar atlasini spektral chiziqlarning to'lqin uzunligi ko'rsatilgan elementlar spektri tasvirini o'z ichiga oladi.

Atlasga tasviri tushirilgan spektrni ma'lum yorug'lik manbai orqali qo'zg'atilgan (masalan, elektr yoyi) va ma'lum dispersiyali spektrografda suratga tushirilgan (masalan, optik qismlari kvarsdan yasalgan — kvars spektrografi) spektrlarni tadqiq qilishda ishlatish mumkin. Spektrograf ishlaydigan butun spektral oraliq bir nechta qismlarga bo'linadi va har birining ma'lum kattalikda olingan surati alohida planshetga (fotografik qog'ozga) tushiriladi. Ko'pchilik laboratoriyalarda elektr yoyi yordamida qo'zg'atilgan temir spektrining (optik qismlari kvarsdan tayyorlangan ISP-28 spektrografida olingan) 20 marta kattalashtirib ishlangan «atlas»i mavjud. Planshetning quyi qismida toza temirning chiziqli spektri keltirilgan bo'lib, uning ostida esa to'lqin uzunliklari shkalasining tasviri tushirilgan. Ixtiyoriy chiziqning to'lqin uzunligini shu shkaladan foydalanib, muayyan xatolik bilan topish mumkin. Spektral chiziqlarning yuqorisidagi tik chiziqlar esa boshqa elementlar eng intensiv chiziqlarining temir chiziqlariga nisbatan o'rnini ko'rsatadi. Kimyoviy element belgisi o'ng tomonining yuqorisida 10 ballik shartli shkalada shu element chizig'ining intensivligi ko'rsatilgan, masalan, Mn^{51} . Temir spektri to'lqin uzunliklarning o'ziga xos shkalasi sifatida xizmat qiladi, chunki spektrning hamma sohalarida uning to'lqin uzunliklari aniq o'lchangan ko'p sonli chiziqlari bor. Shuning uchun temirning spektridan boshqa elementlar spektrlaridagi chiziqlarning to'lqin uzunligini topishda foydalaniladi. Atlasdan foydalanish uchun namuna spektrining osti yoki ustidan unga moslab, temirning spektri tushiriladi (5.8-rasm).

Noma'lum modda spektridagi chiziqlarning to'lqin uzunliklarini o'lchash va unga asoslanib, elementni topish uchun temir spektrini yaxshi o'rganish kerak. Buning uchun spektroprojektor ekranidagi temir spektrining o'rganilayotgan sohasining tiniq tasviri ustiga atlasning temir spektrining shu qismi surati tushirilgan planshetni ustma-ust qo'yish kerak. Bunda tasvirdagi va planshetdagi to'lqin uzunligi bir xil bo'lgan chiziqlar ustma-ust tushadi. Kerakli planshetni topishda temir spektral chiziqlarining xarakterli gruppalaridan «yo'l ko'rsatuvchi» sifatida foydalaniladi. Bu gruppalariga kirgan chiziqlar ma'lum belgilari (intensivligi, orasidagi masofa va hokazo) bilan boshqa chiziqlardan ajralib turadi. Temir spektridagi chiziqlarning xarakterli gruppalaridan foydalanib, atlas yordamida uning kerakli qismini topishni o'rgangandan keyin ishning asosiy qismi bajariladi. Bunda temir spektrining yuqorisiga

tushirilgan noma'lum moddaning spektridagi chiziqlarning to'liq uzunliklari aniqlanadi (5.9-rasm). Buning uchun namuna spektridagi to'liq uzunligi (λ_x) aniqlanishi kerak bo'lgan chiziqning ikkala tomonida joylashgan temir spektrining to'liq uzunliklari ma'lum bo'lgan ikkita (λ_1, λ_2) spektral chizig'idan foydalaniladi. O'lchash aniqligi katta bo'lishi uchun λ_1 va λ_2 chiziqlar orasidagi masofa kichik bo'lishi kerak. Temir spektridagi chiziqlarning to'liq uzunliklari atlasda ko'rsatilgan. Spektrning to'liq uzunligi aniqlanadigan λ_x chiziq joylashgan qismi ekranga tushiriladi. Shu chiziqning ikki tomonida joylashgan temirning to'liq uzunliklari λ_1 va λ_2 bo'lgan ikkita chizig'i atlasdan topiladi. 5.9-rasmda ko'rsatilgan a, b_1 va b_2 masofalar millimetrlarda o'lchanadi. Spektral chiziqlar orasidagi bu masofalarni gorizontalar komparator IZA-7 va MIR-12 o'lchov mikroskopi yordamida o'lchash mumkin. Laboratoriyada bu asboblardan bo'lmasa, o'lchashni spektroprojektor ekranida lineyka yordamida amalga oshirish mumkin. Agar spektral chiziqlar tushirilgan spektrografning chiziqli dispersiyasiga teskari bo'lgan kattalik $d\lambda/dl$ ($\text{\AA}/\text{mm}$) shu chiziqlar joylashgan sohada doimiy bo'lsa (tanlangan qism kichik bo'lsa, u doimiy bo'ladi), quyidagi proporsiya to'g'ri bo'ladi. Bu yerda $\delta\lambda_1$ — to'liq uzunliklari ma'lum bo'lgan ikkita spektral chiziq orasidagi farq, ($\text{\AA}$, angstrom), $\delta\lambda_2$ — shu chiziqlar orasidagi masofa (mm).



5.9-rasm Spektral chiziqlarning to'liq uzunligini o'lchash:
a) temir va b) namunaning chiqarish spektrlari

$$\frac{a}{b_2} = \frac{\lambda_2 - \lambda_1}{\lambda_2 - \lambda_x} \text{ yoki } \frac{a}{b_1} = \frac{\lambda_2 - \lambda_1}{\lambda_x - \lambda_1} \quad (5.1)$$

Bu yerda, λ_1 va λ_2 — temir spektridagi chiziqlarning to'liq uzunliklari (Å, angstrom), λ_x — noma'lum modda spektridagi chiziqning to'liq uzunligi, b_1 va b_2 mos ravishda λ_x va λ_1 hamda λ_2 va λ_x lar orasidagi masofa (mm), a — λ_2 va λ_1 lar orasidagi masofa (mm). Bundan

$$\lambda_x = \lambda_1 + \frac{b_1}{a} (\lambda_2 - \lambda_1) \text{ yoki } \lambda_x = \lambda_2 - \frac{b_2}{a} (\lambda_2 - \lambda_1) \quad 5.2.$$

orqali noma'lum chiziqning to'liq uzunligi topiladi. Spektral chiziqlar orasidagi masofani o'lchashni 3—5 marta takrorlash kerak va (5.1 va 5.2) formulalar yordamida topilgan λ_x ning o'rtacha qiymati olinadi. Kamida o'nta noma'lum chiziqning to'liq uzunligi topiladi. Shundan so'ng to'liq uzunligi λ_x bo'lgan chiziq qaysi elementga taalluqli ekanligi aniqlanadi. Buning uchun ma'lumotnomadan foydalanamiz. Spektral chiziqlarning qaysi elementga tegishiligidini aniqlash uchun uning to'liq uzunligini o'lchashda yo'l qo'yilgan xato hisobga olinadi. Masalan, noma'lum chiziqning hisoblangan to'liq uzunligi 3080,83 Å, o'lchashning xatosi esa $\Delta\lambda = \pm 0,1$ Å bo'lsa, topilgan chiziq jadvalga ko'ra quyidagi: temir — 3080,98 Å, kadmiy — 3080,82 Å, kalsiy — 3080,826 Å, nikel — 3080,76 Å va xromning intensivligi past bo'lgan — 3080,71 Å chizig'i elementlariga taalluqli bo'lishi mumkin. Topilgan spektral chiziqlar shulardan qaysinisiga tegishli ekanligini oxirigacha hal qilish uchun shu elementlarning intensivligi past bo'lgan boshqa chiziqlari hamda oxirgi chiziqlarining spektrogrammada borligi tekshirib ko'riladi. Masalan, agar tushirilgan spektrda nikelning to'liq uzunligi $\lambda = 3050,8$ Å bo'lgan juda sezgir chizig'i va intensivligi past bo'lgan $\lambda = 2992,6$ Å chizig'i bo'lsa, hamda temir, xrom, kadmiy va kalsiyning namunada borligini bildiradigan sezgir chiziqlar bo'lmasa, demak, topilgan chiziq nikelga tegishli bo'ladi. Yuqorida keltirilgan formula yordamida to'liq uzunligi aniq bo'lgan ikkita spektral chiziqning to'liq uzunligi orasidagi farq 100–200 Å dan katta bo'lmaganda, qoniqarli natija olish mumkin.

Ishni bajarish tartibi. DSP-I spektroprojektorining tuzilishi va unda ishlash qoidalari bilan tanishgandan so'ng temir va namunaning spektrlari tushirilgan shisha plastinkaning surat tushirilgan tomonini yuqoriga qaratib spektroprojektorning buyum stoliga o'rnatib.

Plastinkaning ekranga tushayotgan spektral chiziqlarining to'liq uzunliklari chapdan o'ngga qarab ortib borsin. Ekranda spektrning tiniq tasviri olinadi va temir spektrining xarakterli gruppalari (5.1-jadval) spektral atlas yordamida o'rganib chiqiladi. Namunaning to'liq uzunliklari o'lchanadigan chiziqlari tanlanadi. Bu chiziqlar spektrning qaysi qismlarida joylashganligini temir spektri yordamida aniqlab tegishli planshet tanlanadi. Noma'lum chiziqlarning (λ_x) ikki tomonida joylashgan temirning ikkita chizig'i (λ_1 va λ_2) tanlanadi va ularning to'liq uzunliklari planshet yordamida aniqlanadi. Ekranga lineyka qo'yib chiziqlar orasidagi masofalar (a , b_1 va b_2) millimetrlarda o'lchanadi. Ko'z bilan chamalab o'lchash aniqligini $\pm 0,2$ mm gacha yetkazish mumkin. Yuqorida keltirilgan formulalar yordamida noma'lum chiziqlarning to'liq uzunligi hisoblanadi. Masofani o'lchash aniqligi va spektrning shu qismi uchun asbobning teskari chiziqli dispersiyasini hisobga olib to'liq uzunligini o'lchash aniqligi topiladi. Shu tarzda 8-10 chiziqlarning to'liq uzunligi o'lchanadi. Ma'lumotnomadan $\lambda \pm \Delta\lambda$ oraligida joylashgan spektral chiziqlarning to'liq uzunliklari, atomlash usuli va nisbiy intensivligi olinadi. 1, 2-ishda keltirilgan misollardan foydalanib, shu chiziqlarning qaysi elementga tegishligi aniqlanadi.

5.6. Temir spektrini suratga olish va o'rganish

Yorug'likning ko'zga ko'rinadigan va ultrabinafsha sohalarida joylashgan temirning spektrida qariyb 4700 chiziq bor. Bu chiziqlar fotografik usul bilan qayd qilinadigan spektrning hamma qismida deyarli bir tekis joylashgan. Buning ustiga temirning spektri yaxshi o'rganilgan, chiziqlarning to'liq uzunliklari yetarli darajada aniq o'lchangan. Shuning uchun sifat analiziga tegishli masalalarni yechishda, ya'ni chiqarish spektrlaridagi chiziqlarning qaysi elementlarga tegishli ekanligini aniqlashda temir spektri to'liq uzunliklari shkalasining etaloni vazifasini o'tashi yuqorida ko'rsatilgan edi. Fotografik plastinkaga temirning spektrini tushirish uchun, eng avvalo, spektrografda ishlash, plastinkaga tushirilgan spektrning suratini ochiltiruvchi va mustahkamlovchi eritmalar tayyorlash hamda ulardan foydalanishni bilish kerak. Spektrografning yo'naltiruvchi temir yo'lga uch linzali yoritish sistemasi o'rnatiladi. Linzalarni kirish tirqishidan qanday masofada

joylashtirish spektrografning turiga bog'liq. Odatda kirish tirqishining kengligi 0,010—0,015 mm, balandligi esa Gartman diafragmasi yordamida 2 mm qilib o'rnatiladi. Qo'zg'atish manbasining shtativga to'g'ri ulanganini tekshirib ko'rish orqali tegishli rejim tanlanadi. Yoy rejimi tanlanganda, tok kuchi 5—6 A, elektrodlar orasidagi masofa 2,0—2,5 mm, uchqun rejimi tanlanganda, kondensatorning sig'imi 0,01 mkF, induktivlik 0,01 mkGn, elektrodlar oralig'i 2 mm qilib o'rnatiladi.

Temir elektrodلarni shtativga o'rnatib, generatorni yoy rejimida qisqa muddatga ulash orqali elektr sxemasining to'g'riligi tekshirib ko'riladi. Shu bilan bir vaqtda spektrograf tirqishining tekis yoritilayotganligi tirqish qopqog'ining kesishgan (krest) chiziqqa tushayotgan yorug' dog'i orqali tekshirib ko'riladi. Zarurat tug'ilganda yorug'lik manbai va yoritish sistemasi yustirovka qilinadi. Shuningdek, yoy ishlab turgan vaqtda kasseta qo'yiladigan tomondan spektrografta lupa bilan qarab kirish tirqishining tozaligi tekshiriladi. Agar tirqishga yirik chang zarrasi tushgan bo'lsa, u spektning barcha qismini kesib o'tuvchi ingichka qora chiziq (yo'lak) shaklida ko'rinadi.

Fotoxonada kuchsiz qizil lampa yorug'ida spektrografning kassetasiga fotoplastinka o'rnatiladi. Fotoplastinkaning o'lchami kassetadagi ramkaning o'lchamidan kam bo'lganda, spektrning suratga olish mo'ljallanayotgan qismi kasseta o'rnatiladigan ramkaning chap yoki o'ng chetiga siljiriladi va kassetaning aynan shu qismiga fotoplastinka qo'yiladi. Fotoplastinkaning yorug'likka sezgir modda surtilgan tomoni spektrografning ichkarisiga, ya'ni spektrga ajralgan yorug'lik kelayotgan tomonga qaratib o'rnatiladi. Plastinkaning emulsiya surtilgan tomoni biroz notekis, emulsiyasiz tomon esa silliq bo'ladi. Buni plastinkaning bir chekkasini toza barmoq bilan paypaslab ushlab ko'rib, sezish mumkin. Fotoplastinkani har doim qirrasidan ushlab kerak, aks holda barmoq izlari spektr tasvirini buzadi. Ba'zi plastinkalar yorug'likning qizil sohasiga ham sezgir bo'ladi. Bunday plastinkalarni faqat qorong'u joyda kassetaga o'rnatish mumkin. Kassetaning qora rangli qopqog'i yopilgan bo'lishi kerak.

Fotoplastinka qo'yilgan kasseta spektrografta o'rnatilgandan keyin spektrografning tirqishini ochib kassetani siljitmasdan Gartman diafragmasi yordamida temirning spektrlari tushirib olinadi. Plastinkaga yorug'likni tushish, ekspozitsiya vaqti 4—15 sekund qilib

olinadi. Suratga olish tugagandan so'ng kassetaning qora qopqog'i yopiladi va spektrografdan yechib olinadi. Spektir tushirilgan plastinka fotoxonada kassetadan olinadi. Plastinkaning rasmi tomoni yuqoriga qaratib qo'yiladi va rasm ochiltiruvchi eritma quyilgan vannaga solinadi. Ochiltirish jarayonida eritmani bir tekis qo'zg'ab turish kerak. Shuni alohida ta'kidlab o'tish kerakki, fotoplastinkani ochiltirish vaqtida vannani qo'zg'atib turish hamma vaqt ham kutilgan natijani beravermaydi. Plastinkaning emulsiya chegarasidagi qismida ochiltiruvchi eritmaning konsentratsiyasi pasaysa-da, u emulsiya bilan mustahkam bog'langan bo'ladi. Yupqa porolon (yoki rezina) tasmadan tayyorlangan chiyotkani qattiq bosmasdan plastinka ustida sekin yuritib turish ochiltirishning tekis bo'lishini ta'minlaydi. Ochiltirish vaqtida eritmaning temperaturasi 18—20 °C atrofida bo'lishi kerak. Ochiltirish vaqti 4—6 daqiqa bo'lib, odatda, u fotoplastinkaning qutisi yoki eritmaning yo'riqnomasida yozilgan bo'ladi. Ochiltirilgan plastinka suv bilan yuviladi va emulsiyaning yorug'lik tushmagan joylaridagi AgBr kristallarini ketkazish uchun mustahkamlaydigan eritma solingan vannaga o'tkaziladi. Fotoplastinkaning yuzasidan ochilmagan AgBr kristallari to'liq ketmaguncha eritmada saqlanadi. Jarayon tugagach, fotoplastinka 15—20 daqiqa davomida suv bilan yuviladi. Suv bilan yuvganda mustahkamlovchi eritmadan o'tgan hamma eriydigan tuzlar plastinkaning yuzasidan ketadi. Yuvilgan plastinka changdan xoli bo'lgan joyda quritiladi. Plastinka quritilayotgan muhitning harorati 40 °C dan oshmasligi kerak.

Temir spektrini o'rganish uchun plastinka spektroproyektorning buyum stolchasiga emulsiya tomoni yuqoriga qaratib o'rnatiladi. Agar plastinka to'g'ri o'rnatilgan bo'lsa, uning uzun to'liqlik chiziqlari joylashgan qismi o'ng tomonda bo'ladi. Obyektiv fokuslanadi va ekranda spektral chiziqlarning tiniq tasviri hosil qilinadi. Spektirni o'rganish undagi esda qoladigan xarakteristik gruppalaridan, masalan, to'liqlik uzunligi 3016,3–3021,1 Å yoki 2598,4–2599,5 Å bo'lgan chiziqlardan boshlanishi maqsadga muvofiqdir. Bu ish ekrandagi spektrning tasvirini spektral atlasning tegishli planshetidagi spektrning tasviri bilan taqqoslash orqali amalga oshiriladi. Planshet ekranga shunday qo'yiladiki, undagi chiziqlar ekrandagi chiziqlar bilan ustma-ust tushsin. Odatda, ekranning o'rtasida taxminan 6—8 sm oraliqda ustma-ust tushish kuzatiladi. Shunday yo'l bilan 10 ga yaqin chiziqning to'liqlik uzunligi

topiladi. Plastinkadagi spektrlardan foydalanib, spektrografning teskari chiziqli dispersiyasi va ajratib ko'rsata olish qobiliyatini topish mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Spektrograf ishga tayyorlanadi (uch linzali yoritish sistemasi joyiga o'rnatiladi, temir elektrodleri tozalanadi va shtativga o'rnatiladi, generatorning yoy rejimi tanlanadi, tirqish kengligi 0,015 mm qilib, unga Gartman diafragmasi o'rnatiladi). Fotoplastinkani ochiltiruvchi va tasvirni mustahkamlovchi eritmalar tayyorlanadi. Fotoxonada kassetaga fotoplastinka joylashtiriladi va u spektrografga o'rnatiladi. Navbat bilan tirqish 5, 10, 15 va 20 sek mobaynida ochib plastinkaga spektr tushiriladi. Olingan spektr tegishli eritmalarda ochiltiriladi va mustahkamlanadi. Plastinkadagi spektrdan spektral atlas yordamida xarakteristik gruppalariga tegishli 10 ta chiziqlning to'liq uzunligi topiladi.

5.7. Stiloskop shkalasini to'liq uzunlik bo'yicha darajalash

Stiloskopda ishlaganda turli elementlarning spektr chiziqlarini tez va aniq topishga o'rganish kerak. Asbobning dispersiya egri chizig'ini bilgan taqdirda bu ishni oson amalga oshirish mumkin. Dispersiya egri chizig'ini chizish uchun juda ko'p spektral chiziqlarga ega bo'lgan elementning spektridan foydalaniladi. Bu chiziqlarning to'liq uzunliklari ma'lum bo'lishi kerak. Dispersiya egri chizig'ini chizish uchun temir spektri ishlatiladi.

Bunda V.S.Burakov va A.A.Yankovskiylarning «Практическое руководство по спектральному анализу» kitobidan (bundan keyin «Qo'llanma»dan) temir spektrining rangli surati yoki spektr atlasidagi spektral chiziqlarni o'rganish kerak. Asbobning okulariga qarab temir spektri bilan atlasdagi spektrni taqqoslash orqali ularning o'xshash qismlari topiladi. Atlasdan to'liq uzunligi 639,36 nm bo'lgan qizil chiziqni topib stiloskop okulariga qarab spektrning qizil rangli sohasidan shu chiziqni axtaring. Okular o'rnatilgan gardishni aylantirib spektral chiziqlar eng tiniq ko'rinishga keltiriladi. Topilgan chiziq okularda ko'rinadigan strelkaning o'rtasiga to'g'rilanadi va aylanuvchi baraban shkalasining shu holatga to'g'ri kelgan qiymati yozib olinadi. Olingan natijalar takrorlanuvchan bo'lishi uchun har safar shkala barabanini nol nuqtadan boshlab aylantirish kerak.

Olingan natijalar quyidagi ko'rinishdagi jadvalga yoziladi (5.3-jadval).

5.3-jadval

O'lchash natijalari

O'lchash tartibi	Chiziqning to'lqin uzunligi, nm	Baraban shkalasining qiymati	Spektrning sohasi (rangi)
1	639,36		Qizil
2	602,71		To'q sariq
3	556,96		Sariq
4	541,09		Sariq-yashil
5	520,23		Yashil
6	505,16		Havorang-yashil
7	487,82		Yashil-ko'k
8	437,59		Binafsha

Xuddi shunday yo'l bilan jadvalda keltirilgan chiziqlarga mos kelgan shkalaning qiymatlari yozib olinadi. Spektrni siljitgan vaqtda tasvir xiralashishi mumkin. Bunday holda har safar okular o'rnatilgan gardishni burab tasvirni tiniqlashtirish kerak. Jadvaldagi ma'lumotlar asosida asbobning dispersiya egri chizig'i tuziladi. Buning uchun koordinata sistemasining absissa o'qiga chiziqning to'lqin uzunligi ordinata o'qiga esa unga mos kelgan baraban shkalasining qiymati qo'yiladi. Dispersiya egri chizig'ini tuzganda ba'zi nuqtalar chiziqning ustida yotmasa, bu spektral chiziqning to'lqin uzunligi noto'g'ri aniqlanganidan yoki okularning strelkasi aniq o'rnatilmaganligidan dalolat beradi. Egri chiziqni tuzish uchun qancha ko'p nuqta olinsa, uning aniqligi shuncha yuqori bo'ladi.

Stiloskopni to'lqin uzunliklari bo'yicha darajalash to'g'ri bajarilganligini tekshirish uchun spektrlar atlasidan temirning to'lqin uzunligi 542,41 nm bo'lgan chizig'i, dispersiya egri chizig'idan esa baraban shkalasining unga mos keluvchi qiymati topiladi. Baraban aylantirilib, shu qiymat o'rnatiladi hamda okulardagi va atlasdagi spektrlar taqqoslanadi. Agar dispersiya egri chizig'i to'g'ri tuzilgan bo'lsa, okular strelkasi ostida turgan spektr chizig'ining to'lqin uzunligi 542,41 nm bo'ladi.

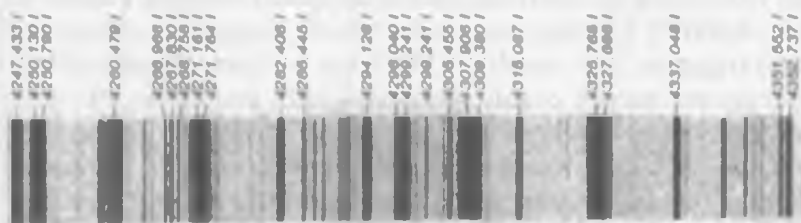
Stiloskopning doimiy elektrodi toza misdan bo'lganda ham yuqorida bayon qilingan hamma amallar to'g'ri bo'lardi.

Ishni bajarish tartibi. Stiloskopning shtativiga aylana disk shaklidagi temir elektrod o'rnatiladi. Buyum stolchasi ustiga yuzasi tozalangan temir elektrod qo'yiladi. Elektrodlar orasidagi masofa shablon bilan 2—3 mm qilib o'rnatiladi. Stiloskopda ishlash tartibi bayon qilingan bo'limdagi ko'rsatmaga tayanib, eng kam tok talab qiladigan yoy rejimi o'rnatiladi. Spektral atlasdan to'lqin uzunligi 639,41 nm bo'lgan temirning spektral chizig'i joylashgan planshet topiladi. «Pusk» tugmachasini bosib, elektrodlar orasida turg'un yoy razryadi hosil qilinadi. Asbobning barabanini burab, okularning ko'rish tekisligiga spektrning qizil rangli qismi keltiriladi. Planshetda va okularda ko'rinayotgan spektrlarni taqqoslab, okulardagi spektrdan to'lqin uzunligi 639,41 nm bo'lgan chiziq topiladi. Barabanni burash orqali spektrni siljitib, shu chiziq okularda ko'rinayotgan strelkaning o'rtasiga to'g'rilanadi va baraban shkalasining unga mos kelgan qiymati yozib olinadi. Jadvaldagi boshqa spektr chiziqlari uchun ham yuqoridagi amallar bajariladi. Koordinata sistemasining absissa o'qiga to'lqin uzunliklari, ordinata o'qiga esa baraban shkalasining ularga mos qiymatlari qo'yilib, stiloskopning dispersiya egri chizig'i tuziladi. Dispersiya egri chizig'idan foydalanib, to'lqin uzunligi 542,41 nm bo'lgan chiziqqa mos kelgan baraban shkalasining qiymati topiladi. Elektrodlar o'rtasida yoy hosil qilib, okularga qarab, strelkaning ostida aynan shu chiziq turg'uniga ishonch hosil qilinadi.

5.8. Mis qotishmasini stiloskop yordamida yarim miqdoriy analiz qilish

Stiloskopning okulariga qarab spektrning ko'zga ko'rinuvchi ya'ni, binafsha rangdan to qizilgacha bo'lgan qismini kuzatish mumkin. Spektr chiziqlarga boy bo'lgan temirning spektriga birinchi bor qaraganda bir-biriga o'xshash bo'lgan nihoyatda ko'p chiziqlarni farqlab bo'lmasa kerak degan taassurot paydo bo'ladi. Lekin, ma'lum muddat kuzatgandan so'ng, har bir spektr chiziq faqat o'ziga xos bo'lgan alohida xossalarga ega ekanligi sezila boshlaydi. Spektrning har xil qismi bir-biridan rangi bilan farq qiladi, bundan tashqari, har bir chiziqning intensivligi va tashqi ko'rinishi har xildir; ba'zilar aniq va ravshan, ba'zilar keng va yoyilgan (juda yorqin chiziqlar odatda kengaygan va qirrasini aniq bo'lmaydi) bo'ladi. Har bir chiziqning qo'shnilari bir-biridan farq qiladi. Spektr chiziqlarni

alohida xarakterli gruppalar hosil qilishini e'tiborga olish muhimdir. Bunday xarakterli gruppalarni spektrdan axtarib topish qiyinchilik tug'dirmaydi. Butun spektrni shunday gruppalarga ajratib keyin kerak bo'lgan spektral chiziqlarni topish ishini osonlashtiradi. Temir spektrida spektral chiziqlarning joylashganligiga qarab, unda oson esda qoladigan bir nechta xarakterli gruppalar borligini sezish mumkin. Masalan, temir spektrining binafsha qismida to'liq uzunligi 4250 Å dan to 4337 Å oralig'ida o'nga yaqin ancha yorqin chiziqlar borligi ko'zga tashlanadi (5.10-rasm).



5.10-rasm. Temir spektrning binafsha rangli qismining ko'rinishi

Bu chiziqlarning ko'pchiligi bir-biridan bir xil masofada joylashgan (B.C.Бураков, А.А.Янковский. Практическое руководство по спектральному анализу. — Минск: 1960 dagi temir spektrining rangli suratiga qarang). Biroz nariroqda to'liq uzunliklari 4383, 4404 va 4415 Å bo'lgan uchta yorqin chiziq bor (qo'llanma). Spektarning ko'k rangli qismida 4500–4600 Å oralig'ida uchta 4525, 4528 va 4531 Å yorqin chiziqdan boshqa intensiv chiziq yo'q. Spektarning havorang va yashil qismlari oralig'ida uchta yorqin dublet (yaqin joylashgan va shuning uchun qo'shilib ketgan ikki chiziq) 4871, 4890 va 4920 Å chiziqlar ajralib turadi. Spektarning sariq qismida uchtdan yorqin chizig'i bo'lgan ikki gruppaga, ya'ni 5497, 5501, 5507 va 5570, 5573, 5576 Å chiziqlar yaxshi esda qoladi. Bu chiziqlar o'rtasidagi oraliqda temirning yorqin chiziqlari yo'q. Bu yerda spektral chiziqlarning sanab o'tilgan xarakterli gruppalarini spektrdan tezda topish mumkin. Bu tajriba spektrning qiyinroq qismlarini aniqlashda hamda o'rganishda yo'l ko'rsatuvchi manba bo'lib xizmat qiladi.

Stiloskop yordamida namuna tarkibidagi elementlarni yarim miqdoriy analiz qilish mumkin.

Elementning massa ulushini baholash uchun uning bitta yoki bir nechta analitik chizig'i tanlab olinadi. O'lchanadigan

konsentratsiyalar oraliq'ida bu chiziqlarning intensivligi juda ko'p o'zgarishi kerak. Chiziqlarning intensivligi tekshirilayotgan ob'ektning asosini tashkil etuvchi metallga tegishli yoki doimiy elektrodga tegishli chiziqlarning intensivliklarini taqqoslash asosida baholanadi. Doimiy elektrod sifatida toza mis yoki temir ishlatiladi. Aniqlanayotgan elementning va doimiy elektrodning spektral chiziqlari analitik juftlikni tashkil qiladi.

Stiloskopda o'tkaziladigan har qanday analiz analitik chiziqni topishni taqozo qiladi. Analitik chiziqni bir nechta yo'l bilan topish mumkin: 1) analiz qilinayotgan namuna spektri bo'yicha; 2) tarkibi oldindan ma'lum bo'lgan standart namunaning spektri bo'yicha; 3) toza metallning spektri bo'yicha. O'quv maqsadlari uchun 2 va 3 usullar ko'proq ishlatiladi.

Har bir elementning spektrida intensivligi, rangi va qo'shnilarining joylashishi bilan bir-biridan ajralib turuvchi xarakteristik gruppalar bo'ladi. Bu gruppalar spektrning tegishli qismini va boshqa chiziqlarning o'rnini topishga yordam beradi. Analitik chiziqlarni xarakteristik gruppalar yordamida topish ishini ancha osonlashtiradi. Shu munosabat bilan quyida rux va marganets spektrlaridagi xarakteristik gruppalar bayon qilingan.

Ruxni aniqlash. Analitik chiziqlarning birinchi gruppasi $1Zn$ spektrning qizil rangli qismida joylashgan. Bu yerda juda yorqin bitta qizil chiziq (636,235 nm) ko'rinadi. Latunda 40, bronzada esa 5 % rux bo'ladi. Shuning uchun latunning spektrida bu chiziqning intensivligi juda kattadir. Birinchi qarashda hattq uning yonida joylashgan misning chiziqlari ko'rinmaydi. Tarkibida qalay bo'lmagan bronzada esa bu chiziqning intensivligi yonidagi boshqa chiziqlar intensivligidan farq qilmaydi. Birgina shu chiziqning intensivligi bo'yicha ham latunni bronzadan farqlash mumkin.

Analitik chiziqlarning ikkinchi gruppasi spektrning ko'k-yashil rangli qismida joylashgan bo'lib, u uchta chiziqdan iborat: 468,014, 472,216 va 481,053 nm. Chiziqlarning intensivligi qotishmaning turiga qarab keskin o'zgaradi. Chiziqlarning ikkitasi mis qotishmalaridagi ruxning massa ulushini baholash uchun ishlatiladi. Analitik chiziqlarning uchinchi gruppasi spektrning yashil qismida joylashgan. Bu gruppada ruxning to'liq uzunligi 518,199 nm bo'lgan intensivligi past chizig'i bo'lib, u misning intensivligi katta bo'lgan ikkita 515,324 va 522,007 nm chiziqlari orasida joylashgan. Bu chiziqdan mis qotishmalaridagi ruxning katta konsentratsiyalarini

baholashda foydalaniladi. Mis va ruxning quyidagi chiziqlarining intensivliklari taqqoslanadi: $1Zn_1$ - 481,053 nm, $2Zn_1$ - 472,216 nm, $3Zn_1$ - 468,014 nm, $4Cu$ - 470,46 nm, $5Ca$ - 469,749 nm, $6Cu$ - 467,476 nm, $7Ca$ - 465,113 nm. Kimyoviy element belgisi oldidagi raqamlar, shu element spektridagi tegishli chiziqning kelishilgan shartli tartib raqami, pastidagisi esa uning qanday raqamli xarakterli gruppaga tegishligini bildiradi. Intensivliklar orasidagi nisbat bilan ruxning mis qotishmalaridagi miqdori orasida quyidagicha munosabat bor:

0,05% - $1Zn_1$ juda xira; $2Zn_1$ - xira; $3Zn_1$ - ko'rinmaydi; 0,10% - $2Zn_1 \leq 5$; 4% - $3Zn_1 = 4$; 0,5% - $2Zn_1 = 5$; 5% - $2Zn_1 \geq 7$; $3Zn_1 < 7$;
1,0% - $2Zn_1 = 6$;

10% - $3Zn_1 > 4$; $2Zn_1 > 7$; 1,5% - $3Zn_1 = 6$; 12% - $3Zn_1 = 7$; 4% - $3Zn_1 = 4$; 15% - $3Zn_1 \geq 7$; 30 - 40% - $3Zn_1 >> 7$

Ishni bajarish tartibi. I. Ruxni aniqlash. Yuzasi tozalangan namuna buyum stolchasiga qo'yiladi. Mis elektrod bilan namuna orasidagi masofa 2—3 mm bo'lishi kerak. Elektrodlar orasida yoy razryadini ulab, tok kuchi 6—7 A ga to'g'rilanadi (yoyni ulash fazasi 90° , induktivlik 3 mKG, sig'im 0 mkF). Namuna tarkibida ruxning borligi spektrda 636,235 nm chiziq bo'yicha aniqlanadi. Namunaning tarkibida rux bo'lsa, uning miqdori ruxning ikkinchi gruppasiga kiruvchi chiziqlar intensivligini tegishli mis chiziqlari bilan taqqoslab baholanadi. Yonishning boshlang'ich 20—25 sek ichida analitik juftlikning yorqinligi taqqoslanadi.

II. Marganetsni aniqlash. Marganetsni aniqlashda ham kattaliklari shunday bo'lgan o'zgaruvchan tok yoyidan foydalaniladi. Marganetsning miqdori uning birinchi va ikkinchi gruppaga chiziqlaridan foydalanib baholanadi.

5.9. Spektral chiziqlar intensivligini taqqoslash orqali po'lat tarkibidagi xromning yarim miqdoriy analizi

Yorug'lik manbai sifatida o'zgaruvchan tok yoyi ishlatiladi. Doimiy elektrod vazifasini disk shaklidagi mis bajaradi.

Po'latning tarkibidagi xromning miqdori keng oraliqda o'zgarganligi uchun uni aniqlash usuli juda mufassal ishlab chiqilgan. Xromning po'latdagi miqdori 0,05 dan 30 foizgacha bo'lganda, uni aniqlashda spektral chiziqlarning yettita gruppasi eng ko'p qo'llaniladi. Xromning birinchi gruppaga chiziqlari spektrning yashil

qismida joylashgan. Bu gruppaga uchun xarakterli bo'lgan temirning uchta yashil chizig'i mavjud, ularning ikkita chetdagi 5227,19 Å va 5332,94 Å chiziqlar yorqin, o'rtadagi 5329,87 Å chiziq esa ancha kuchsizdir. Bunda misning birmuncha kuchliroq 5105,54, 5153,24, 5218,20 va 5293,52 Å chiziqlari ham ko'rinadi. Xromning birinchi gruppaga kiruvchi quyidagi spektral chiziqlarining 1Cr₁ -5204,52 Å, 2Cr₁ -5206,04 Å, 3Cr₁ - 5208,8 Å intensivligi bilan po'latning asosiy qismini tashkil qiluvchi temirning 4Fe-5202,34 Å va 5Fe-5198,7 Å chiziqlarining intensivligi solishtiriladi va shunga qarab xromning miqdori baholanadi. Spektral chiziqning to'liq uzunligi angstremlarda berilgan. 5.4-jadvalda yuqorida aytilgan chiziqlarning intensivligi qanday nisbatda bo'lishiga qarab xromning po'latdagi miqdorining o'zgarishi keltirilgan.

Bu yerdagi ≤ (katta yoki teng), << (juda katta), < (katta) va = (teng) belgilar chiziqlarning intensivliklari orasidagi munosabatni bildiradi. Xromning uchinchi (Cr₃) xarakterli gruppasiga kiruvchi spektral chiziqlari (5.11-rasm) spektrning ko'k rangli qismida joylashgan. Xrom va temirning quyidagi chiziqlarining intensivliklari solishtiriladi:

$$1\text{Cr}_1-4646,17 \text{ Å}, 2\text{Cr}_1-4652,16 \text{ Å}, 3\text{Fe}-4647,44 \text{ Å}, \\ 3\text{Fe}-4654,50 \text{ Å}, 5\text{Fe}-4643,48 \text{ Å}.$$

5.4-jadval

Xromning kichik miqdorini topish uchun ishlatiladigan intensivliklar nisbati

Xromning miqdori, %	0,01	0,03	0,07	0,1
Tegishli chiziqlar intensivliklarining nisbati	1Cr<<5Fe 3Sr≤4Fe 2Cr<1Sr	1Sr<5Fe 3Sr=4Fe 2Cr≤1Sr	1Sr≥5Fe 3Sr>4Fe 2Cr<1Sr	1Sr≤5Fe 3Sr>4Fe 2Cr>1Sr

Intensivliklar orasidagi nisbat bilan xromning po'latdagi miqdori orasida quyidagi munosabat bor:

$$1\text{Cr} << 3\text{Fe}, 1\text{Cr} < 5\text{Fe}-0,1\%; 1\text{Cr} \leq 3\text{Fe}, 1\text{Cr} \geq 5\text{Fe}-0,2\%;$$

$$1\text{Cr} = 3\text{Fe}-0,3\%; 1\text{Cr} \geq 3\text{Fe}-0,4\%;$$

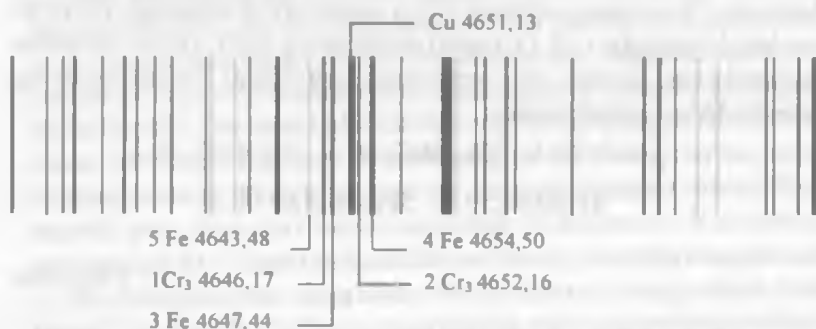
Xromning miqdorini to'rtinchi xarakterli gruppaga Cr₄ tegishli spektral chiziqlarni o'rganishdan boshlab aniqlash maqsadga

muvofigdir va uni quyidagi tartibda o'tkazgan ma'qul. Agar, $1Cr_4 < 2Fe$ bo'lsa, oldin uchinchi, keyin ikkinchi va nihoyat birinchi gruppalariga tegishli spektral chiziqlarning intensivliklari taqqoslanadi. Agar $1Cr_4 = 2Fe$ to'rtinchi va uchinchi gruppalar chiziqlari, $1Cr_4 > 2Fe$ bo'lsa, beshinchi, oltinchi va yettinchi gruppalar chiziqlarining intensivliklari solishtiriladi. Quyida to'rtinchi, beshinchi xarakterli gruppalariga tegishli xromning va temirning spektral chiziqlarining to'liq uzunliklari, tartib raqamlari, intensivliklari orasidagi munosabat hamda ularga xos konsentratsiyalari keltirilgan.

To'rtinchi xarakterli gruppaga:

$1Cr_4$ -5409,79 Å, $2Fe$ -5410,91 Å, $3Fe$ -5415,21 Å, $4Fe$ -5405,78 Å.

Intensivliklar nisbati va unga mos keluvchi xromning po'latdagi miqdorlari: 1,0%- $1Cr_4 = 2Fe$, 2,5%- $1Cr_4 = 3Fe$, 5,0%- $1Cr_4 \geq 4Fe$



5.11-rasm. Xromning uchinchi gruppaga chiziqlari joylashgan spektr

Beshinchi xarakterli gruppaga:

$1Cr_5$ -4351,05 Å, $2Fe$ -4352,74 Å, $3Fe$ -4375,93 Å, $4Cr_5$ -4371,28 Å.

Intensivliklar nisbati va unga mos keluvchi xromning po'latdagi miqdorlari: 2,5-8%- $4Cr_5 < 3Fe$, 8-13%- $4Cr_5 = 3Fe$, 13-20%- $1Cr_5 = 2Fe$

5.10. Spektral chiziqlar intensivligini taqqoslash orqali po'lat tarkibidagi manganetsning yarim miqdoriy analizi

Manganetsning 0,02 dan to 14,0 % gacha bo'lgan miqdori to'rtinchi gruppaga spektral chiziqlar bo'yicha aniqlanadi.

Marganetsning birinchi gruppasi chiziqlari spektrning yashil-ko'k rangli qismida joylashgan. Bu yerda hosil bo'ladigan spektrning ko'rinishi doimiy elektrodning materialiga, ya'ni mis yoki temirdan bo'lishiga bog'liq emas. Spektrning bu qismida misning spektral chiziqlari ko'rinmaydi. Doimiy elektrod mis bo'lganda marganetsning kam miqdorlarini o'lchash mumkin. Marganetsning birinchi gruppasi spektral chiziqlari quyidagicha bo'ladi: 1Mn_1 -4823,52; 4Mn_1 -4783,42; 5Mn_1 -4762,38; 7Mn_1 -4754,04 Å.

Temirning intensivligi taqqoslanadigan spektr chiziqlari esa: 2Fe -4859,75; 3Fe -4871,33; 8Fe -4789,65; 9Fe -4788,754 10Fe -4786,814; 11Fe -4779,44; 12Fe -4772,82 Å.

Bu spektral chiziqlarning intensivliklari orasidagi munosabat va unga mos keluvchi marganetsning po'latdagi miqdorlari:

$0,02\%-4\text{Mn}_1 < 11\text{Fe}$; $0,08\%-4\text{Mn}_1 = 9\text{Fe}$; $0,20\%-4\text{Mn}_1 \geq 10\text{Fe}$;

$0,50\%-6\text{Mn}_1 < 8\text{Fe}$; $0,04\%-4\text{Mn}_1 \leq 11\text{Fe}$; $0,1\%-4\text{Mn}_1 = 12\text{Fe}$;

$0,30\%-4\text{Mn}_1 \leq 8\text{Fe}$; $0,60\%-6\text{Mn}_1 = 8\text{Fe}$; $0,06\%-4\text{Mn}_1 = 11\text{Fe}$;

$0,15\%-4\text{Mn}_1 = 10\text{Fe}$; $0,4\%-5\text{Mn}_1 \leq 10\text{Fe}$; $0,70\%-1\text{Mn}_1 = 2\text{Fe}$.

Marganetsning ikkinchi gruppasi bitta chiziqqa ega va u spektrning sariq rangli qismida joylashgan. 1Mn_2 -5516,77 Å.

Temirning chiziqlari 2Fe -5501,47 va 3Fe -5525,55 Å. Bu chiziqlarning intensivliklari orasidagi munosabat va marganetsning po'latdagi miqdori quyidagicha: $7\%- \text{Mn}_2 \geq 3\text{Fe}$; $14\%-1\text{Mn}_2 = 2\text{Fe}$.

Shu tariqa po'lat tarkibidagi vanadiy, volfram, molibden, nikel, kobalt, mis, titan va boshqa elementlarning miqdorlari ma'lum aniqlikda baholanadi. Bu elementlarning intensivligi baholanadigan spektral chiziqlarining to'lqin uzunliklari, spektrning ular ko'rinadigan qismining surati, gruppasi va chiziqning tartib raqami, temirning solishtiriladigan chiziqlari, chiziqlar intensivligi orasidagi munosabat hamda ularning po'latdagi miqdori A.S.Sventitskiyning «Визуальные методы эмиссионного спектрального анализа» nomli kitobida to'liq keltirilgan.

5.11. Fotometrik yordamida yarim miqdoriy analiz

Stiloskopning fotometrik ponasi disk shaklidagi shishaga platina bug'larini purkash orqali olingan. Undagi metall qatlamining qalinligi bir tekisda ko'payib boruvchi tor yo'lak ko'rinishidagi yarim

aylanadan iborat. Uning qalinligi har xil bo'lgani uchun yorug'lik nurini ham har xil o'tkazadi. Ponadagi metall qatlamining yupqaroq joyi yorug'likning kamroq qismini yutib, ko'proq qismini o'tkazadi, uning qalinroq joyi esa ko'proq qismini yutib, kamroq qismini o'tkazadi. Ponaning vazifasi spektral chiziqlarning intensivligini kamaytirishdan iborat.

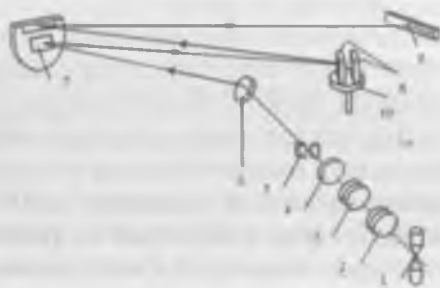
Spektral chiziqlarning intensivligi fotometrik pona orqali solishtirilganda, 20 marta kattalashtiradigan okular ishlatiladi. Miqdori o'lchanayotgan elementning analitik chizig'i 5 maxovik yordamida (5.2-rasm) ponaning ostiga qo'yiladi. Intensivligi taqqoslanadigan qotishma asosining spektral chizig'i esa ponadan tashqarida turadi. Fotometrik ponaning qalinligini 5.2-rasmdagi 4 dasta yordamida o'zgartirish orqali bu ikkala chiziqlarning intensivligi vizual tenglashtiriladi. Ponaning foizlardagi (%) o'tkazish koeffitsienti okularning ko'rish tekisligida joylashgan shkaladan yozib olinadi. Shkalaning raqamlari ko'rinmasa, u kichkina lampochka bilan yoritiladi. Buning uchun 4 dastaning (5.2-rasm) ostida joylashgan tumbler buraladi.

Fotometrik pona yordamida namunadagi elementning miqdorini aniqlash uchun uch etalon usulidan foydalaniladi. Odatda bir butun etalonni tashkil qiluvchi namunalar soni 5 bo'ladi. Har bir namunaga uning tartib raqami yoziladi. Etalonning pasportida namunaning tarkibiga kiruvchi elementlarning nomlari, miqdorlari, ichki etalonga va aniqlanayotgan elementga tegishli bo'lgan intensivliklari, o'lchanadigan analitik chiziqlarning to'lqin uzunliklari va boshqa ma'lumotlar qayd qilingan bo'ladi. Navbat bilan har bir etalondagi miqdori aniqlanayotgan elementga tegishli spektral chiziqlarning intensivligi kamida besh marta o'lchanadi. Ponaning o'tkazish koeffitsienti bilan etalondagi elementning miqdori orasidagi bog'lanishni ifodalovchi darajalash chizmasi tuziladi. Buning uchun ikki o'lchamli koordinata sistemasining abssissa o'qiga besh marta o'lchashning o'rtacha qiymatlari, ordinata o'qiga esa elementning etalondagi miqdori (%) qo'yiladi. Elementning noma'lum miqdori esa tegishli spektral chiziqlarning intensivligini o'lchab, darajalash chizmasi yordamida baholanadi. Fotometrik pona spektrdagi ixtiyoriy chiziqlarning intensivligini boshqalariga xalaqit bermasdan kamaytirishga imkon beradi.

5.12. DFS-452 spektrografning tuzilishi va ishlash tartibi

Difraksion panjarali DFS-452 spektrografi keng spektral oraliqda yuqori dispersiya talab qilinadigan chiqarish spektrlarini qayd qilish uchun mo'ljallangan. Spektrograf IFS-23 markali generator bilan ishlaydi.

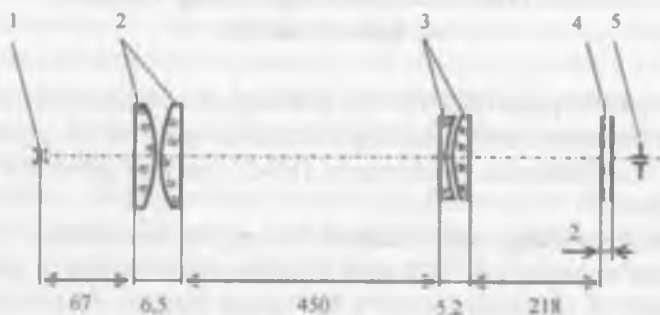
Spektrografning optik sxemasi. Yorug'lik manbaidan 1 (5.12-rasm) kelayotgan nur 2, 3 va 4 kondensorlardan iborat yoritish sistemasi, 5 tirqishdan o'tib 6 ko'zguga tushadi va ko'zgu o'z navbatida nurni 7 ko'zguning kollimator vazifasini bajaruvchi qismiga yo'naltiradi hamda kollimatordan qaytgan yorug'lik 10 stolchaga o'rnatilgan 8 difraksion panjaraga tushadi. Panjara yordamida to'liq uzunliklariga mos spektrga ajratilgan yorug'lik 7 ko'zguning kamera obyektivi vazifasini bajaruvchi qismi tomonidan 9 fotoplastinka yoki fotoplyonkaga fokuslanadi. Spektrografning fokus masofalari 61, 150 va 209 mm bo'lgan kondensorlardan iborat yoritish sistemasi 5.13-rasmda ko'rsatilganiday tegishli joylarga o'rnatilganda tirqishni xromatik kamchiliksiz bir tekis yoritilishini ta'minlaydi.



5.12-rasm. Spektrografning optik sxemasi:

1-yorug'lik; 2,3 va 4-kondensor linzalari; 5-kirish tirqishi; 6 va 7-ko'zgular;
8-difraksion panjaralar; 9-fotoplastinka; 10-difraksion panjaralar o'rnatilgan stol

2 kondensor yorug'lik manbaining tasvirini 3 kondensorning gardishiga mahkamlangan revolver ko'rinishidagi diafragma tushiradi, u o'z navbatida 2 kondensorning tasvirini 5 tirqishga tushiradi.



5.13- rasm. Spektrografning uch linzali yoritish sistemasi linzalarining joylashish sxemasi

4 kondensor yorug'lik manbaining tasvirini 7 ko'zguning kollimator obyektivi vazifasini bajaruvchi qismiga ko'chiradi (5.13-rasm).

Spektrografning tuzilishi. Spektrograf asbobning o'zi va yoritish sistemasi o'rnatilgan relsdan iborat (5.14-rasm). Spektrografning tirqishi simmetrik bo'lib, uning kengligi 0 dan 0,4 mm gacha o'zgarishi mumkin, tirqishning qancha ochilganligini ko'rsatuvchi hisob 14 dastaning shkalasidan olinadi.

Spektrografni qo'shimcha fokuslash uchun uning tirqishi optik o'q bo'ylab siljiriladi. Bu ish, kirish tirqishining ostidagi vintni burash orqali amalga oshiriladi. Spektral chiziqlarning qiyaligini yo'qotish uchun tirqish o'ngdagi vint yordamida optik o'q atrofida aylantiriladi.

Spektral chiziqlarning fotoplastinkaning ko'ndalang tomoniga tikligi spektrografning kasseta qismidan qarab to'g'rilanadi. Tirqishning balandligini unga kiritiladigan va yuzasining muayyan joylari o'yilgan diafragma chegaralaydi. Diafragmaning 1 dan 9 gacha raqamlar bilan belgilangan o'yig'ini tirqishning qarshisiga to'g'rilib, fotoplastinka yoki fotoplenkaga bir-biriga tegib turgan va balandligi bir xil bo'lgan to'qqizta spektr olish mumkin. Bunda ikkinchi, beshinchi va sakkizinchi spektrlarning surati bir vaqtda tushiriladi. Tirqish orqasida elektromagnit parda joylashgan. U ma'lum vaqt oralig'ida ulanadigan soat mexanizmi yoki bu mexanizm ishlatilmaganda, 19 tumbler orqali ulanadi. Qisadigan 3 vint yordamida 4 kasseta siljitish mexanizmi tekisligining ustiga mahkamlanadi. Kasseta o'rnatilgan tekislik u bilan birgalikda spektrografning ichiga o'rnatilgan dvigatel yordamida tik yo'nalishda baland va pastga siljiriladi. Dvigatelni ulash

uchun 21 tumbler xizmat qiladi, uni bosib kassetani 1 yoki 2 mm baland yo pastga siljitish mumkin. Siljitish o'lchami 14 tumbler orqali o'rnatiladi, hisob esa 2 shkaladan olinadi.



5.14-rasm. DFS-452 difraksiyon spektrografning umumiy ko'rinishi:

1-spektrografning asosiy qismlarini yopib turadigan g'ilof; 2-to'lqin uzunliklari shkalasi; 3-kasseta qisqich; 4-kasseta; 5-kasseta o'rnatilgan ramkani yuqori va pastga siljituvchi mexanizm; 6 va 7-yorug'lik manbaining ulanish vaqtini o'rnatadigan relyelar; 8-difraksiyon panjaralarni o'rnatish dastasi; 9-yorug'lik yo'lga ko'zgu o'rnatadigan dasta; 10-difraksiyon panjarani vertikal o'q atrofida buradigan mahovik; 11-spektrografni elektr manbaiga ulash joyi; 12-spektrograf ichidagi millimetrlilik shkalaning suratini olish dastasi; 13-kirish tirqishi; 14-kirish tirqishining kattaligini o'zgartiruvchi dasta; 15-boshqaruv pult; 16-uch linzali yoritish sistemasini o'rnatish uchun rels; 17 va 23-signal chiroqlari; 18 va 21-manbaga ulash dastalari; 19, 20 va 22-tegishli vazifalarni bajaruvchi qismlarni ulash dastalari

Spektrografning hamma optik qismlari temir qopqoq bilan yopilgan. Spektrografning ostki kesilgan qismida difraksiyon panjaralarni almashtirish va ko'zguni «ulan» uchun xizmat qiluvchi 8 va 9 dastalar o'rnatilgan. Shu yerning o'zida panjaralarni burish uchun xizmat qiluvchi sinus mexanizmiga qo'l harakatini uzatadigan mexanizmning maxovigi ham (10) joylashgan. Boshqaruv pultida 15 elektrni boshqarish va signal berish sistemasining elementlari o'rnatilgan. To'lqin uzunliklarining shkalasi va o'rnatilgan panjaraga hamda spektrning tartibiga mos shkalani o'rnatadigan dasta ham shu yerga o'rnatilgan.

Spektrografni ishga tayyorlash. Spektrografni ishga tayyorlash quyidagi ketma-ketlikda amalga oshiriladi: Spektrograf 220 V kuchlanishli o'zgaruvchan tok manbaiga maxsus kabel yordamida

ulanadi. Uni tokka ulash tumbleri «VKL» holatiga o'rnatiladi. Bunda 17 fonarning signal chirog'i yonishi kerak. 19 tumbler (5.14-rasm) «ZATVOR» holatiga qo'yiladi. 21 tumbler «2 mm» yozuvi qarshisiga to'g'rilanadi. 8 dasta yordamida 600 chiziq/mm li difraksiya panjara o'rnatiladi va to'liq uzunliklari shkalasining dastasi buralib, shu panjaraga mos shkalaga to'g'rilanadi. 9 dasta «VVEDENO» holatiga qo'yiladi. Spektral tirqish oxirigacha ochiladi. Spektrografning relsiga yorug'lik manbai o'rnatiladi va u tokka ulanadi.

Yorug'lik manbai sifatida DRK-120 simob lampasi ishlatiladi. Bu manbaning umumiy ko'rinishi 5.15-rasmda keltirilgan.



5.15-rasm. Simob lampasining umumiy ko'rinishi:

1-simob lampa o'rnatilgan fonar; 2-shtativning fonarni yo'naltiruvchi o'qi; 3-shtativning asosi; 4-fonar balandligini o'rnatish dastasi; 5-fonarni shtativga ma'lum burchak ostida mahkamlash dastasi; 6-simob lampasi o'rnatilgan tutqich; 7-kollektorni siljitish dastasi; 8-diafragma tirqishi kattaligini o'rnatish dastasi; 9-lampa orasidagi yorug'lik qaytargichni burash dastasi; 10-simob lampasini optik o'qqa to'g'ri o'rnatish vinti; 11-yorug'lik filtrlarini o'rnatish joyi; 12-lampani tokka ulash pulti; 13-avtotransformator; 14-lampani fonarga mahkamlash vinti

Yoritgich lampa joylashgan 1 fonarni uning 3 asosiga o'rnatilgan 2 temir o'q bo'yicha past va yuqoriga siljitish imkonini beradi. Fonar kerakli balandlikka 4 dasta bilan mahkamlanadi. Fonar simob lampasi o'rnatilgan ushlagich 6, kollektor (linza) va diafragmadan tashkil topgan. Kollektorni siljitish uchun 7 va diafragmaning diametrini o'rnatish uchun 8 dastalar xizmat qiladi. Reflektorning (yorug'lik qaytargich) holati 14 dasta bilan lampaning nur

chiqarayotgan joyini optik o'qqa to'g'rilash, 10 dasta orqali esa uni reflektorning markaziga to'g'rilash amalga oshiriladi. Fonarda uchta yorug'lik filtrini o'rnatish uchun maxsus joylar bo'lib, yorug'lik filtrining gardishida esa uning shishasi tayyorlangan materialning markasi va qalinligi ko'rsatilgan. Fonarga o'rnatilgan simob lampasi 13 avtotransformator yordamida pultdan tokka ulanadi. Pult va yoritgich albatta yerga ulangan bo'lishi kerak.

Simob lampasi quyidagi tartibda ishga tayyorlanadi. Yoritgich tekis, keng va baland qilib relsga o'rnatilgan stolchani ustiga qo'yiladi. Avtotransformatorning dastasi oxirigacha buralib, nol holatni ko'rsatadigan qilib qo'yiladi. Simob lampasi o'zgaruvchan tok manbaiga 12 pult orqali ulanadi. Avtotransformatorning burash dastasi orqali lapmadagi kuchlanish lampaning yonishigacha ko'paytirib boriladi. Simob lampasi normal ishlaganda, undan o'tayotgan tok kuchi 1,1—1,2 A oralig'ida bo'ladi. Yonishning boshlang'ich paytlarida (taqriban 4—6 daqiqa davomida) ampermetrning ko'rsatishi 1,7—2,0 A bo'lishi kerak, shundan keyin tok o'zining normal qiymatigacha kamayadi. Zanjirdagi tok normaga yaqinlashgani sari lampa yorug'ligining ravshanligi ko'payib boradi. Lampani kollektorning markaziga to'g'rilash kerak. Buni amalga oshirish uchun lampa devorga to'g'rilanadi va 15 vintni burash orqali yorug'likning tasviri devorda hosil bo'lgan yorug' halqalar ichiga simmetrik qilib tushiriladi. Bu ishni bajarish vaqtida lampaning yorug'lik filtri qo'yiladigan joyiga FS 1 yorug'lik filtri o'rnatilib, diafragma to'liq ochiladi. Lampa joyiga qo'yiladi, 5 dasta buralib, u tikka o'rnatiladi. 4 dastani burash orqali balandligi spektrografning tirqishiga yorug'lik tushadigan qilib o'rnatiladi. Kollimator 7 dasta bilan spektrograf tirqishining tekisligida yorug'lik manbaining tiniq tasvirini hosil qilguncha siljtiladi. Lampaning qaytaruvchi ko'zgusi 9 dasta yordamida shunday joyga qo'yilishi lozimki, bunda yorug'lik manbaining ikkala tasviri ham bir-birining ustiga tushsin. So'ngra spektrografni ishga tayyorlash yorug'lik manbasi orqali davom ettiriladi. Tirqishni optik o'q bo'ylab siljitadigan shkala minus 0,5 ga qo'yiladi. Keyin kasseta joyidan yechib olinadi. Maxovikning 10 (5.14-rasm) dastasini burab, spektrografning kasseta qismidagi spektr kuzatiladi va birinchi tartibli spektr kasseta joyiga keltiriladi. Ikkita intensiv sariq chiziqli 10 dastani burab, kasseta o'rnatiladigan ramkaning chap tomonidan 2—3 sm uzoqlikda joylashtiriladi. Spektral tirqishning kengligi 0,010—0,015 mm kichraytiriladi. Spektrograf tirqishiga diafragma o'rnatiladi va uning 3

raqamli teshigi tirqishga to'g'rilanadi. 19 tumbler yordamida elektromagnit parda yopiladi. Avtotransformator dastasini burab, lampaning toki kamaytiriladi va keyin lampa o'chiriladi.

5.13. Simob lampasining chiqarish spektrini o'rganish

Mamlakatimizning ko'pchilik oliy o'quv yurtlarida DFS-452 markali spektrograflar mavjud. Spektrograf o'zining spektral ko'rsatkichlari bo'yicha yaxshi asboblarning jumlasiga kirsada, unda tushirilgan temir spektri uchun spektral atlas chiqarilmagan. Shuning uchun undan foydalanish imkoniyati biroz cheklangan. Spektral chiziqlarining soni kam bo'lgan va ko'pchilik laboratoriyalarda mavjud bo'lgan yorug'lik manbalarining spektrini o'rganishda undan foydalanish mumkin. Ushbu laboratoriya ishi mavjud imkoniyatni hisobga olgan holda bayon qilinmoqda.

Ishni bajarish tartibi. Laborantdan spektrni suratga tushirish uchun fotoplyonka yoki fotoplastinka olinadi va uni kassetaga qanday o'rnatish haqida maslahat so'raladi. Fotoxona yoki yorug'lik o'tkazmaydigan qutida fotoplyonka kassetaga joylashtiriladi va u yorug'lik o'tmaydigan qilib berkitiladi, so'ngra u qutidan olinib, spektrografta o'rnatiladi. Spektrograf tokka ulanadi. Simob lampasi quyidagi ko'rsatmalarga amal qilib manbaga ulanadi. 5.15-rasmdagi 11 raqami bilan ko'rsatilgan joyga neytral yorug'lik filtri NS 10 va MS shisha qo'yiladi. Lampa spektrografning kirish tirqishi qarshisiga undan 10—15 sm masofada parallel qilib o'rnatiladi. Kassetani 3 vint (5.14-rasm) yordamida biroz bo'shatib, uni o'ng qo'l bilan ushlab, chap qo'l bilan qora rangli temir qopqoq fotomaterialga yorug'lik tushadigan qilib tortiladi (qopqoq kassetaning chetidan 22 sm chamasi chiqib tursin). Keyin yana vint buralib u berkitiladi. Soatning sek strelkasiga qarab turgan holda 19 tumbler bilan zatvor uch sek ga ochib yopiladi. Kassetani 2—3 mm balandga ko'tarib, yana zatvor ochib, fotomaterialga 5 sek mobaynida yorug'lik tushiriladi. Navbat bilan kasseta siljilib, 7, 10, 15, 20, 30 ... sek yorug'lik o'tkazib manbaning spektri suratga tushiriladi. Kasseta mahkamlangan vintni bo'shatib, uning qopqog'i yopiladi. Lampa va spektrograf o'chiriladi. Kasseta spektrograftan olinib, fotoxonaga (yoki yorug'lik o'tmaydigan qutiga) kiritiladi va undan fotoplastinkani olib tegishli eritmalarda rasm ochiltiriladi va mustahkamlanadi. Fotoplastinka (yoki fotoplyonka) qurigandan so'ng undagi spektral chiziqlarning to'lqin uzunligi o'lchanadi.

Simob lampasi spektr chiziqlarining to'liq uzunligini o'lchash. Simob lampasining spektrida chiziqlar soni ko'pemas, shuning uchun ko'z bilan kuzatilgan rangli spektrni va uning fotoplyonkaga tushirilgan suratini solishtirib, suratdan intensiv yashil chiziqning o'rnini topish mumkin. Uning to'liq uzunligi 5460,74 Å ga teng. Agar spektrning qanday sharoitda (difraksion panjara va spektrning tartibi) tushirilganligini bilsak, shu sharoit uchun asbobning teskari chiziqli dispersiyasini uning pasportidan bilib olish mumkin. Suratga tushirish sharoitida (600 chiziq/mm li panjara bilan tushirilgan birinchi tartibli spektr) spektrografning teskari chiziqli dispersiyasi 15,9 — 16 Å/mm ga teng. Bitta chiziqning suratdagi o'rne va uning to'liq uzunligi hamda spektrografning teskari chiziqli dispersiyasini bilgan holda boshqa noma'lum chiziqlarning to'liq uzunliklarini topish mumkin. Buning uchun qurigan plyonkani tekis oq qog'oz ustiga qo'yib, yashil chiziqning surati topiladi. Lineyka yordamida yashil chiziq bilan to'liq uzunligi aniqlanayotgan chiziqqacha bo'lgan masofa millimetrlarda o'lchanadi va quyidagi formula yordamida uning to'liq uzunligi topiladi:

$$\lambda_x = \lambda_{yashil} \pm \Delta\lambda = \lambda_{yashil} \pm \frac{d\lambda}{dl} \Delta l = 5460,74 \pm \Delta\lambda \quad (5.3)$$

Bu yerda, λ_x — noma'lum chiziqning to'liq uzunligi, Å, λ_{yashil} — yashil chiziqning to'liq uzunligi, Å, $\Delta\lambda$ — yashil va noma'lum chiziqlarning to'liq uzunliklari orasidagi farq, $d\lambda/dl$ — spektrografning teskari chiziqli dispersiyasi, Å/l — yashil va noma'lum chiziqlar orasidagi masofa, mm.

Noma'lum chiziqning to'liq uzunligi yashilnikidan katta bo'lsa, (uning rangi sariq yoki qizil bo'lib, yashil chiziqning chap tomonida joylashgan bo'ladi), (2.3) ifodadagi qo'shuv ishorasi, kichik bo'lsa, ayiruv ishorasi ishlatiladi. Shu tarzda spektrdagi barcha intensiv chiziqlarning to'liq uzunliklari topiladi.

5.14. PAJ-1 yoki PAJ-2 alanga fotometrining tuzilishi va ishlash prinsipi

PAJ-1 alanga fotometri eritmadagi natriy, kaliy, kalsiy va litiy elementlarining miqdorini alanga spektrofotometriyasi usuli yordamida aniqlashga mo'ljallangan. Tarkibida aniqlanayotgan ionlar bo'lgan eritma alangaga aerosol ko'rinishida purkaladi.

Asbobning texnik xarakteristikalar.

1. O'lchash oralig'i:

Aniqlanayotgan element	Yonuvchi gaz aralashmasining tarkibi va aniqlanadigan elementlar konsentratsiyalarini o'lchash oralig'lari, mg/l	
	Propan-butan-havo	Tabiiy gaz-havo
Natriy	0.005 dan to 50 gacha	0.01 dan to 50 gacha
Kaliy	0.010 dan to 50 gacha	0.05 dan to 50 gacha
Litiy	0.01 dan to 50 gacha	0.05 dan to 50 gacha
Kalsiy	0.014 dan to 50 gacha	0.1 dan to 50 gacha

O'lchashning quyi chegarasiga yaqin konsentratsiyali eritmalarini tekshirganda asbobning strelkasi shkalaning 20 dan kam bo'lmagan qismini egallashi kerak. Shu holdagina o'lchash natijasi o'rtacha kvadratik chetlanish qiymatining besh baravariga to'g'ri keladi.

2. Asbobning sezgirliigi, ya'ni shkala bo'laklari sonining mg/l ga nisbati, quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$s = \Delta / \Delta x \quad (5.4)$$

bu yerda, Δ — o'lchangan signalning qiymati (shkala bo'laklari), Δx — o'lchanadigan kattalikning qiymati (mg/l).

Aniqlanayotgan element	Yonadigan aralashma			
	Propan-butan-havo		Tabiiy gaz-havo	
	O'lchash oralig'i, mg/l	Sezgirlik	O'lchash oralig'i, mg/l	Sezgirlik
Natriy	0.005 - 0.025	4000	0.01 - 0.05	2000
Kaliy	0.01 - 0.05	2000	0.05 - 0.25	400
Litiy	0.01 - 0.05	2000	0.05 - 0.25	400
Kalsiy	0.014 - 0.07	1400	0.1 - 0.5	200

3. O'lchash natijalarining o'rtacha kvadratik cheklanishi, 4 shkala bo'lagigacha.

4. O'lchash natijasining o'zgarma qiymatga erishish vaqti, 30 s gacha.

5. Bosim 0,08 MPa bo'lganda tekshirilayotgan suyuqlikning sarf qilinadigan eng kam miqdori, 6 ml/min gacha.

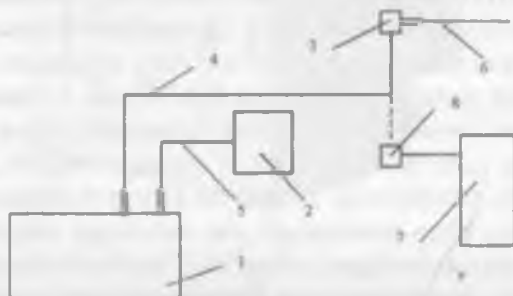
6. Yarim soat ichida elektrik va fotometrik nol nuqtadan siljish, 4 shkala bo'lagigacha.

7. Interferensiyon yorug'lik filtrlari o'tkazadigan nurlarning to'liq uzunliklari, nm: natriy uchun $\lambda=589\pm5$; kalsiy uchun $\lambda=622\pm5$; litiy uchun $\lambda=670\pm5$; kaliy uchun $\lambda=768\pm5$.

8. Asbob 220±10 V kuchlanishli tok manbaiga ulanadi.

Asbobning tuzilishi va ishlash tartibi. Alanga – fotometriyasi usuli bilan ishlaydigan suyuqlik analizatori (bundan keyin alanga-fotometri) (5.16-rasm) quyidagi qismlardan tashkil topgan: alanga fotometri asbobining o'zi 1, membranali maxsus kompressor 2, tabiiy gaz bosimini to'g'rilagich 3, tabiiy gaz magistralini asbobga ulaydigan shlang 4, kompressorni asbobga ulaydigan shlang 5, tabiiy gaz magistrali 6, propan-butan gaz balloni 7 va gaz ballonining reduktori 8.

Asbobga kompressordan havo rezina nay orqali keladi. 5.16-rasmda har xil yonuvchi aralashmalar (propan-butan-havo, tabiiy gaz-havo) bilan ishlash uchun asbobning turli qismlarini ulashning umumiy sxemasi ko'rsatilgan.



5.16-rasm. Alanga fotometrinin umumiy sxemasi

Asbob tekshiriladigan element tuzi eritmasining alangaga kiritilganda chiqaradigan spektri intensivligini o'lchash asosida ishlaydi. Tekshirilayotgan element tuzining eritmasi gorenkada yonayotgan alangaga pulverizator yordamida purkaladi. Alangada tekshirilayotgan elementlar atomlari qo'zg'atilgan holatga o'tadi va asosiy holatga qaytganda, ma'lum to'liq uzunligiga ega bo'lgan spektr chiqaradi. Alangada yonayotgan aerosol aralashmasi uni ana shu elementga xos spektr rangiga bo'yaydi. Shunday qilib, yorug'likning to'liq uzunligi u yoki bu elementning boshqa elementlar orasida borligini ko'rsatadi. Chiziqlarning intensivligi esa alangada kechayotgan jarayonning

miqdoriy tomonini xarakterlaydi. Alangada qo'zg'atilgan atomlar sonining ko'payishi bilan ular chiqarayotgan yorug'likning intensivligi ortib boradi. Analiz qilinayotgan namunalarning eritmaları alangada bir xil tezlik (ml/vaqt) bilan purkalishi kerak. Shunda yorug'likning intensivligi eritmaning konsentratsiyasiga mutanosib bo'ladi.

Tekshiriladigan elementning spektral chizig'ini ajratish uchun asbobda interferensiyon va yutuvchi yorug'lik filtrlari mavjud. Bu filtrlarning o'tkazish maksimumi aniqlanayotgan element chiqarayotgan yorug'likning to'lqin uzunligiga mos keladi. Qo'zg'atilayotgan elementlarning soni (konsentratsiyasi) mikroampermetr strelkasining og'ishiga mutanosib bo'ladi. Chiqarish spektrining intensivligi mikroampermetr strelkasining og'ishi bilan to'g'ri chiziqli bog'langan.

Standart eritmalar chiqarish spektrlarining intensivligi asosida darajalash chizmasi tuziladi. Koordinata sistemasining absissa o'qiga standart eritmalarining konsentratsiyalari, ordinata o'qiga esa asbobning ko'rsatishlari qo'yiladi. Darajalash chizmasi bo'yicha tekshirilayotgan eritmaning konsentratsiyasi aniqlanadi.

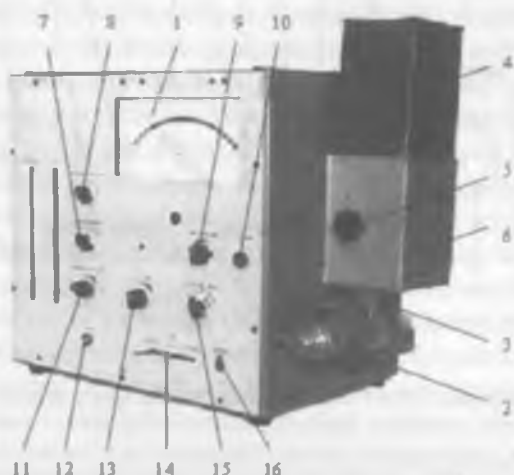
Asbobning metall g'ilofi ichiga (5.17-rasm) quyidagi qismlar joylashtirilgan: fotometrik qism, elektr energiyasi bilan ta'minlash qismi, doimiy tokni kuchaytirgich, rotametrar tuguni. G'ilofning o'ng tomoniga atomlarni qo'zg'atuvchi qism o'rnatilgan.

Asbobning chap tomondagi yon devoriga aniqlanayotgan elementga mos keladigan yorug'lik filtrini o'rnatish dastasi joylashtirilgan. Asbobning orqa devoriga esa havo va tabiiy gazni ulash uchun ikkita shtutser, yerga ulash uchun klemma, elektr tarmog'iga ulash uchun kabel va saqlagich joylashtirilgan.

Asbobning old tomoniga (5.17-rasm) uning elektr qismini boshqarish dastalari, mikroampermetr, asbobga kelayotgan gaz-havo aralashmasi nisbatini (miqdorini) boshqarish dastalari, parda va optik ponani tegishli joyga o'rnatish uchun uzatmalar joylashtirilgan.

Qo'zg'atuvchi qism tarkibida tekshirilayotgan element bo'lgan eritmani aralashtirish kamerasiga purkaydigan forsunkadan 2 tashkil topgan. Asbobning ehtiyot qismlari ichida kapillyar naylarining diametri 0,6; 0,89 va 1,01 mm bo'lgan uchta forsunka bor. O'lchash vaqtida aerosol va gaz-havo aralashmasi aralashtirish kamerasidan yonish kamerasidagi gorelkaga purkaladi. Gorelkaning holati aylanma dasta 3 orqali to'g'rilanadi.

Yonish kamerasi 6 metall g'ilof va uning ichiga o'rnatilgan qaytaruvchi ko'zgu, alangani kuzatish derazachasidan 5 iborat. Alangani tashqaridan tushayotgan yorug'likdan himoyalash uchun g'ilof 4 o'rnatilgan. Fotometr qismining qutisi ikkita bo'linmaga ajratilgan. Bitta bo'linmaga obyektiv, linzalar, panjara, interferension va yutuvchi yorug'lik filtrlari, qaytaruvchi ko'zgu va optik pona joylashtirilgan. Ikkinchi zich qilib yopilgan va ekran bilan to'silgan bo'linmaga kompensatsiyalovchi va o'lchovchi fotoelementlar tuguni hamda qarshiliklar (rezistorlar) qismi joylashtirilgan.



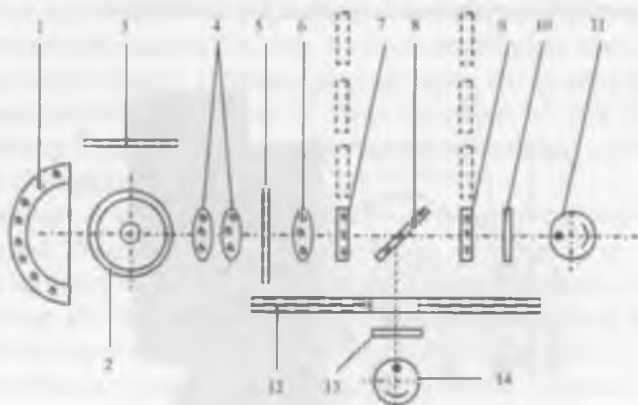
5.17-rasm PAJ-1 alanga fotometrining umumiy ko'rinishi:

1-mikroumpermetr; 2-forsunka; 3-gorelka balandligini to'g'rilash dastasi;
4-alangani berkitish g'ilofi; 5-alanga kuzatish yirqishi; 6-yonish kamerasi;
7-vagt doimiysining qiymatini o'rnatish dastasi; 8-sezgirlikni qo'pol o'rnatish
dastasi; 9-fotometrik pona; 10-yorug'lik nurini to'sish pardasi; 11-sezgirlikni
aniq o'rnatish dastasi; 12-asbobni manbaga ulash tugmasi; 13-nol nuqtani
o'rnatish dastasi; 14-gaz yo'lini ochish dastasi; 15-shkalani siljitish dastasi;
16-havo miqdorini boshqarish dastasi

Elektr toki bilan ta'minlovchi qism va doimiy tok kuchaytirgichi shassiga terilgan, u esa asbob qutisining ostiga joylashgan. Asbob qutisining orqa devori olinsa, uning barcha qism va elementlari ochiladi. Kirish shtutserlariga havo va gaz magistrallari, gaz magistraliga gaz filtri ulangan. Havo magistralining havo oqimini o'zgartirish drosseli 16 asbob old devorining orqasida joylashgan.

Kirish shtutseri bilan o'zgartirish drosseli orasiga filtr o'rnatilgan. Drossel dastasi yordamida havo oqimi forsunka va alangaga puflanadi.

Asbobning optik sxemasi. Asbobning optik qismi alanga chiqarayotgan yorug'likni fotoelementning sezgir yuzasiga to'plash, kuzatilayotgan xalaqitlarni so'ndirish (elektr sxemasi bilan birgalikda) va aniqlanayotgan element chiqarayotgan yorug'likni ajratish vazifalarini bajaradi.



5.18-rasm. PAJ-1 alanga fotometrining optik sxemasi

Asbobning optik qismi (5.18-rasm) quyidagi elementlardan tashkil topgan: alanga tasvirini 5 panjaraga yo'naltiruvchi 4 obyektiv va qaytaruvchi 1 ko'zgu (panjara zarrachalar chiqarayotgan yorug'lik oqimini modulatsiyalaydi); yorug'lik oqimini tarqatmaydigan, parallel nurga aylantiruvchi 6 linza; analiz qilinayotgan element chiqarayotgan yorug'likni ajratadigan 7 yorug'lik filtrlari va interferension 9 yorug'lik filtrlari; interferension yorug'lik filtridan qaytgan yorug'lik oqimini kompensatsiyalovchi kanalga yo'naltiruvchi yorug'lik bo'lish 8 plastinkasi; kompensatsiyalovchi kanalga tushayotgan yorug'lik oqimini sozlovchi 12 optik pona; yorug'lik energiyasini elektr tokiga aylantiruvchi kompensatsiyalovchi 14 va asosiy 11 fotoelementlar; issiqlikdan himoya qiluvchi shisha 2 va boshqa himoyalovchi shishalar 3, 10, 13.

Asbobning optik qismi quyidagi tartibda ishlaydi: qaytaruvchi ko'zgu 1 va obyektiv 4 yordamida panjarada 5 gorelka alangasining

tasviri hosil qilinadi. Ko'zgu 1 alanganing orqasiga tarqalgan yorug'lik oqimini ham qaytarib panjaraga yo'naltirgani uchun umumiy intensivlik ko'payadi.

Panjara qora rangga bo'yalgan bo'ylama yo'laklardan iborat. Zarracha alanga bo'ylab harakat qilganda, uning ba'zi qismlaridan chaqnagan nur chiqadi, ba'zi qismlarida esa so'nadi. Bu jarayon davriy ravishda sodir bo'lib turadi. Bunday holda ikki qismdan iborat yorug'lik signali hosil bo'ladi. Signalning o'zgaruvchi qismini zarrachalar chiqarayotgan yorug'lik, o'zgarmas qismini esa alanganing yorug'ligi tashkil qiladi. Signalning o'zgarib turadigan qismini kuchaytirgich so'ndiradi, doimiy tashkil etuvchi qismi esa tekshirilayotgan elementning konsentratsiyasini aniqlash uchun ishlatiladi. Shunday qilib, alangaga kiritilgan zarrachalar chiqarayotgan yorug'lik xalaqit beruvchi sifatida so'ndiriladi. Alanganing yorug'ligi 6 linza yordamida kuchsiz tarqaluvchi (parallel) nurga aylantiriladi. Bu nur rangli shishadan yasalgan yutuvchi filtrlar orqali o'tadi. Filtr yorug'likning aniqlanayotgan element konsentratsiyasi haqida ma'lumot beruvchi qismini o'tkazib, boshqa qismini o'tkazmaydi. Yorug'lik 8 plastinkadan o'tib, 9 interferensiyon yorug'lik filtriga tushadi. Yorug'likning interferensiyon filtrning o'tkazish maksimumiga to'g'ri keluvchi qismi undan o'tib 11 fotoelementga tushadi, qolgan qismi esa orqaga qaytadi. Yorug'likning tarkibiga aniqlanayotgan element chiqarayotgan yorug'lik kirmaydigan qaytgan qismi 8 plastinka yordamida kompensatsiyalovchi kanalga yo'naltiriladi va u 12 optik ponadan o'tib, 14 fotoelementga tushadi. Fotoelementlar shunday ulanganki, ularda hosil bo'lgan tokning yo'nalishi bir-biriga qarama-qarshi bo'ladi. Shuning uchun ularning elektr signallari bir-biridan ayriladi va yutuvchi filtrdan o'tgan yorug'likning butun spektri bo'yicha manfiy teskari bog'lanish hosil bo'ladi. Bunga aniqlanayotgan element chiqarayotgan yorug'lik kirmaydi. Optik pona tiniqligini kamaytirish yoki ko'paytirish orqali interferensiyon filtrdan qisman o'tgan begona yorug'likni to'liq muvozanatga keltirish mumkin. Amalda bu ish namuna purkalmagan «quruq alanga» yordamida amalga oshiriladi. Aniqlanayotgan element chiqarayotgan yorug'likning paydo bo'lishi kuchaytirgichning kirish qismida signal paydo bo'lishiga olib keladi. Spekrning boshqa qismlariga tegishli yorug'likning o'zgarishi muvozanatlanadi va u foydali signalga xalaqit bermaydi. Shunday qilib, asbobning optik sxemasi alanga

fonining o'zgarishinigina emas, balki boshqa elementlar chiqarayotgan yorug'likning ta'sirini ham bartaraf etadi.

Asbobni ishga tayyorlash. Asbobni ishlatishdan oldin uning yo'riqnomasini, standart eritmalar tayyorlash usulini o'rganish, shuningdek, kompressorning ishlash tartibini bilish zarur. Gaz ballonlari va gorelkalarini ishlatishga oid xavfsizlik texnikasi qoidalari bilan tanishish va o'qituvchi ruxsatidan o'tish kerak. Agar ishda propan-butan gazı ishlatilsa, ballonga reduktor o'rnatilgan bo'lishi kerak. Agar asbob tabiiy gazda ishlatilsa, u o'rnatilgan joyga ventil bilan berkitiladigan gaz yo'li keltiriladi. Bu gaz yo'liga shlang orqali gaz bosimini boshqarish qurilmasi, unga esa alanga fotometri ulanadi. Asbobni yaxshi shamollatib turiladigan toza xona yoki kuchsiz so'rg'ichli mo'rili shkafga o'rnatish tavsiya qilinadi. Xonadagi changda ishqoriy yoki ishqoriy-yer elementlari bo'lishi mumkin. Bu elementlar esa alanga rangini o'zgartiradi va o'lchashga xalaqit beradi. Bunday hollarda eritmadagi kichik konsentratsiyali elementlarni tekshirishning iloji bo'lmaydi. Asbob joylashtirilgan xonani yoritayotgan lampa va tashqaridan tushayotgan yorug'lik nuri asbobning optik qismiga tushmasligi kerak. Tushadigan yorug'lik asbobning ishlashiga xalaqit beradi.

Gaz ballonining reduktorga ulangan joyi, reduktor va ventildan gaz chiqmasligi kerak. Gaz chiqayotganligini tekshirib ko'rish barcha ulanish joylariga sovun ko'pigi surtish orqali amalga oshiriladi. Tekshirib ko'rish uchun olovdan foydalanish qat'iyan taqiqlanadi. Gaz balloni reduktori va kompressor shtutserlariga gaz va havo shlanglari kiygiziladi. Havo shlangini asbobning «gaz» shtutseriga ulab, kompressor ishlatiladi va asbobning «gaz» ventili ochilib, sistemaning germetikligi, yuqorida aytilganiday, tekshiriladi. Tekshirish tugagach ventil yopilib, asbobning «gaz» shtutseridan havo shlangi uziladi. Gaz va havo shlanglari, mos ravishda, asbobning «gaz» va «vozdux» shtutserlariga kiydiriladi. Shtutser bilan shlangning ulanish joyi qisqich bilan zichlab berkitiladi.

Asbobning ishlash tartibi. Asbobni ishlatishdan oldin u havo va gaz manbalari hamda qalin sim yordamida yerga ulanadi, so'ngra «gaz» krani yopiladi. «смешенные шкалы» dastasi «Arretir» holatiga qo'yiladi. «Чувствительность», «постоянная времени» va «чувствительность грубо» dastalari «0» holatga, «установка нуля» dastasi o'rta holatga o'rnatiladi. Gidrozatvorda suv bo'lishi ta'minlanadi. «Set» tumbleri «выключено» holatiga o'rnatiladi. Asbob va kompressor 220 V kuchlanishli o'zgaruvchan tok manbaiga

ulanadi. Yorug'lik kanali 10 dastani (5.17-rasm) oxirigacha itarib berkitiladi. Kompresor tokka ulanadi. Kompresorning manometri havo bosimining 0,08-0,09 MPa oraliqda bo'lishini ko'rsatishi kerak. Havo sarfini ko'rsatish qurilmasining po'kkagi havo o'tayotganini ko'rsatib turishi kerak. Havo bosimini to'g'rilash «воздых» drosseli orqali amalga oshiriladi. Kuzatish derazasini 5 olib, gaz yo'lining yoki gaz ballonining jo'mragi ochiladi va yonib turgan gugurt cho'pi gorelkaga yaqinlashtiriladi va «gaz» yozuvli 14 ventil ochiladi. Gorelkada alanga paydo bo'lguncha gaz berish ko'paytiriladi. Alanganing rangi va ichki konuslarining o'lchamlarini o'zgartirib, optimal holatga keltiriladi. Alanga ichki konuslarining o'lchami 5—8 mm va rangi havorang-yashil bo'lganda, asbob eng katta sezgirlikka ega bo'ladi. Eng katta sezgirlik bilan ishlash uchun diametri 0,6 mm bo'lgan purkagichni ishlatish kerak. Diametri 0,69 mm va 1,01 mm bo'lgan purkagichlar yopishqoqligi kattaroq va konsentratsiyasi yuqori bo'lgan eritmalar bilan ishlashga mo'ljallangan. Gorelkaga asbobning alangaga yaqin optik elementlarini himoya qiluvchi shisha o'rnatiladi. U ikki tomoni ochiq silindr shaklida bo'lib, yuqori temperaturaga chidamli materialdan tayyorlanadi. U yonish mahsulotlari chiqadigan teshikni kichraytiradigan metall shayba uchligi bilan yopiladi. Yorug'likdan himoya qiluvchi 4 g'ilof o'rnatiladi. G'ilof himoya qiluvchi shisha nayga tegmasligi kerak. Ishni boshlashdan oldin 30 daqiqa davomida asbob qizdiriladi. Buning uchun «set» tumblari (12) yordamida asbob tokka ulanadi. Bunda rotametrlarning shkalasini yorituvchi lampalar yonadi. Asbobning «смещенные шкалы» (15) dastasini «0» holatga qo'yib, eng katta sezgirlik rejimini o'rnatish uchun «чувствительность грубо» dastasi «10» holatga o'rnatiladi, so'ngra «чувствительность плавно» dastasi esa soat strelkasi bo'yicha oxirigacha buraladi. «Установка нуля» dastasi yordamida mikroampermetrning strelkasi «0» holatga o'rnatiladi. «Постоянная времени» dastasi bilan vaqt doimiysining qiymati o'rnatiladi. Dasta soat strelkasi yo'nalishi bo'yicha aylantirilganda, vaqt doimiysining qiymatlari ortib boradi. Asbobning chap yonidagi yorug'lik filtrlari diskining dastasi tekshirilayotgan element belgisi ko'rsatilgan holatga qo'yiladi (masalan, natriy uchun «Na» holatga). «Shtorka» dastasini (10) o'zingizga tomon oxirigacha tortib yorug'lik kanalining yo'li ochiladi. Bunda mikroampermetrning strelkasi nol holatdan siljishi mumkin. «Оптический клин» dastasini (9) asta-sekin burab, strelka «0» ga

to'g'rilanadi. Maxsus plastmassa stakanchaga distillangan suv solib, u kapillyar nayning ostiga qo'yiladi. Purkagichning ishlashi haqida stakanchadagi suv sathining o'zgarishiga qarab xulosa qilish mumkin. Distillangan suv purkab alanga yorug'ligi o'lchanganda, nol nuqta «quruq» alangaga nisbatan siljishi mumkin. Agar siljish katta bo'lsa, alangaga berilayotgan gaz miqdori va gorelkaning holatini o'zgartirib (3 dasta), uni bartaraf qilish mumkin.

Darajalash chizmasini tuzish. Biror elementning konsentratsiyasini aniqlash darajalash chizmasini tuzishdan boshlanadi. Darajalash chizmasi har bir element uchun standart eritmalar bo'yicha tuziladi. Standart eritmalar esa «Alanga fotometriyasida ishlatiladigan darajalash chizmalarini tuzish uchun standart eritmalar tayyorlash» tartibida tayyorlanadi.

Standart eritmalarining konsentratsiyalari tekshirilayotgan eritmadagi aniqlanayotgan elementning kutilayotgan konsentratsiyasiga asosan tanlanadi. Bu oraliqni tanlashda standart eritmalarining eng katta konsentratsiyasi tadqiq qilinayotgan eritmalaridagi tekshirilayotgan elementning konsentratsiyasidan kichik bo'lmasligi e'tiborga olinadi.

Darajalash chizmasini tuzish uchun «Asbobni ishlatish tartibi» bo'limida ko'rsatilganday asbob ishga tayyorlanadi. Asbob qizdirilayotganda standart va tadqiq qilinayotgan eritmalarini o'lchash uchun ishlatiladigan polietilen stakanchalar tozalab yuviladi va so'ngra ular o'lchanadigan eritma bilan chayiladi. Chang tushmasligi uchun stakanchalarning usti yopib qo'yiladi. Standart eritmalar orasida ikkita stakanchada tarkibida aniqlanadigan modda bo'lmagan, «nol» eritma bo'lishi kerak. Ularning bittasi bir eritmadan ikkinchisiga o'tilganda kapillyarni va sistemani yuvish uchun ikkinchisi esa «nol» standart eritma sifatida ishlatiladi. Bir eritmadan boshqasiga o'tganda, sistemani shu eritmaga tegishli «nol» eritma bilan yuvish kerak. Asbob aniqlanayotgan elementga to'g'rilanganligini tekshiriladi. «Чувствительность плавно» dastasi o'rta holatga o'rnatiladi. So'ruvchi kapillyar eng katta konsentratsiyali standart eritma bo'lgan stakanga tushiriladi. «Чувствительность грубо» dastasi shunday holatga o'rnatilishi kerakki, mikroampermetrning strelkasi asbob shkalasidan tashqariga chiqmasin. «Чувствительность плавно» dastasi yordamida mikroampermetrning strelkasi «100» chizig'iga to'g'rilanadi. Eritmadan kapillyarni chiqarib va yorug'likni to'suvchi pardani

yopib, «установка нуля» dastasi yordamida mikroampermetr strelkasi «0» chizig'iga to'g'rilanadi. Pardani ochib, kapillyar «nol» eritmaga (ya'ni distillangan suvga) tushirilib, «оптический клин» dastasi yordamida mikroampermetr strelkasi yana shkalaning «0» chizig'iga to'g'rilanadi. Kapillyar yana konsentratsiyasi eng katta bo'lgan standart eritmaga tushiriladi, agar zarur bo'lsa «чувствительность плавно» (13) va «чувствительность грубо» (14) dastalari yordamida mikroampermetr strelkasi «100» chizig'iga to'g'rilanadi. Kapillyar yana «nol» eritmaga tushirilganda, mikroampermetr strelkasi «0» chizig'iga to'g'ri kelishi kerak. Agar shunday bo'lmasa, keyingi amallar takrorlanadi. Shunday qilib, ketma-ket yaqinlashish usuli yordamida o'lchash oralig'i o'rnatiladi. O'lchash oralig'i o'rnatilgandan so'ng darajalash chizmasi tuziladi. Buning uchun alangaga navbat bilan «nol» dan to maksimal konsentratsiyagacha bo'lgan standart eritmalar kiritiladi. Har bir namuna uchun o'lchash natijasi yozib olinadi. Bu ma'lumotlar asosida koordinata sistemasining ordinata o'qiga o'lchangan qiymat va abssissa o'qiga konsentratsiya qo'yilib, darajalash chizmasi tuziladi.

Asbobning ko'rsatishini yozib olish va aniqlanadigan elementning eritmadagi konsentratsiyasini o'lchashga qaratilgan keyingi ishlar gaz va havo sarfi hamda asbobning barcha dastalari holatini o'zgartirmasdan bajarilishi kerak. Alanga yorug'ligini o'lchash mikroampermetrning strelkasi shkalaning biror qiymatida to'xtaguncha davom ettiriladi. Ayrim hollarda strelka biror qiymat atrofida tebranib turishi ham mumkin. Past konsentratsiyali eritmalar bilan ishlaganda strelkaning tebranish amplitudasi katta bo'lishi mumkin. Bunda tebranish amplitudasini kamaytirish uchun vaqt doimiysini o'zgartiradigan 7 dastadan foydalaniladi.

Agar tekshirilayotgan eritmaning konsentratsiyasi haqida ma'lumot bo'lmasa, asbobning sezgirligini pasaytirib, avval undan kelayotgan yorug'lik intensivligi o'lchanadi va keyin mikroampermetrning strelkasi shkalaning o'ng tomoniga o'tgunga qadar asbobning sezgirligi asta-sekin oshiriladi. Shundan so'ng tanlangan standart eritma ham strelkani taxminan shuncha qiymatga og'dirsin. Bu standart eritmaga qarab darajalash chizmasi tuzish uchun qanday eritmalar tayyorlash kerakligi aniqlanadi. Asbobdagi «смещенные шкалы» (15) dastasi uni qayta sozlamasdan, o'lchash oralig'ini 4—5 marta kengaytirish imkonini beradi. Buning uchun

asbobni darajalash «0» holatida tugatilib, boshqa dastalarga tegmasdan «смешенные шкалы» dastasi «100» holatiga keltiriladi. So'ngra alangaga konsentratsiyalari kattaroq standart eritmalar ketma-ket kiritilib, darajalash davom ettiriladi. Agar bunda strelka shkaladan chetga chiqsa, dasta «200», so'ngra «300» holatiga o'rnatiladi.

Asbob o'zgarmas sharoitda ishlatilsa, darajalash chizmasi davriy ravishda (8—10 namuna aniqlangandan so'ng) tekshirib turilishi kerak. Havo yoki gazning bosimi o'zgarganda, alanga konuslarining o'lchami va rangi o'zgaradi. Bunday hollarda darajalash chizmasi yangidan chiziladi. Gaz va havo bosimlari asbobning old tomonidagi rotametrlar yordamida nazorat qilinadi.

O'lchash tartibi. O'lchash tekshirilayotgan eritmalar va aniqlanayotgan elementning konsentratsiyasi ma'lum bo'lgan standart eritmalar uchun olingan natijalarni solishtirishga asoslangan. Shuning uchun darajalash va analiz vaqtidagi sharoitlar qat'iy bir xil bo'lishi kerak. Analizning to'g'riligini ta'minlashda standart eritmalar tayyorlash, ular fizik-kimyoviy xossalari o'xshashligi hamda aralashgan hamroh elementlarning ta'sirini hisobga olish muhim ahamiyatga ega.

Asbobning sezgirliги katta bo'lgani uchun havo tarkibidagi chang yoki ishlatilayotgan gazlarda bo'lishi mumkin bo'lgan aniqlanayotgan elementga alohida e'tibor berish kerak. Masalan, kaliyni aniqlash vaqtida asbob yaqinida chekilsa, tutunda ko'p miqdorda kaliy bo'lganligi uchun asbobning ko'rsatishi keskin ortadi.

Darajalash chizmasi tuzilgandan so'ng tekshirilayotgan eritmalarining konsentratsiyalarini aniqlashga kirishiladi. Buning uchun yana «nol» standart o'lchanadi, keyin alangaga tekshirilayotgan eritmalar navbat bilan kiritiladi. Mikroampermetr shkalasidan ularning har biriga mos kelgan qiymat yozib olinadi va darajalash chizmasi yordamida elementning konsentratsiyasi aniqlanadi.

Agar o'lchash jarayonida konsentratsiyasi tanlangan oraliqqa tushmaydigan eritmalar uchrasa, «смешенные шкалы» dastasidan foydalanib ularning miqdorini taxminan o'lchash mumkin. Yuqorida bayon qilingan ishlar eritmada boshqa elementlar bo'lmagan yoki aralashmadagi hamroh elementlar xalaqit bermagan hollar uchun to'g'ridir. Boshqa hollarda maxsus ishlab chiqilgan usullardan foydalanish kerak. Bunday usullar adabiyotlarda bayon qilingan.

Eritmadagi elementning konsentratsiyasi 5 mg/l dan katta bo'lgan hollarda, asbobning sozlash kanali yopib qo'yiladi. Buning uchun «оптический клин» dastasi soat strelkasi bo'yicha oxirigacha buraladi. Sozlash kanali yopiq bo'lganda, asbob bir kanalli variantga o'tadi.

Asbobni o'chirish uchun «смещенные шкалы» (15) dastasi «Arretir» holatiga, «чувствительность грубо» (8) dastasi «0» holatiga qo'yiladi va gaz krani (yoki gaz balloning ventili) yopiladi. Alanga o'chgandan keyin asbobning «gaz» ventili ham yopiladi. «Вкл» tumblari (12) o'chirilgan holatga o'rnatiladi va kompressor o'chiriladi. Gorelka ustidagi qalpoq sovugandan so'ng asbob polietilen plenka bilan yopiladi. Stakanchalardagi eritmalar to'kilib, ular toza suv bilan yuviladi.

5.15. Suvdagi natriyni aniqlash

Havo-atsetilen alangasiga natriy kiritilganda, uning spektrida uch juft chiziq ko'rinadi. Ularning intensivligi va qo'zg'atish potentsiallari quyidagi 6.5-jadvalda keltirilgan.

5.5-jadval

Natriy elementi chiqaradigan yorug'likning to'lqin uzunliklari va qo'zg'atish potentsiallari

To'lqin uzunligi, nm	330,2-330,3	589,0	589,6	818-819,9
Qo'zg'atish potentsiali, eV	3,75	2,11	2,10	3,61

Natriy faqat sariq rangli rezonans dublet (589,0-589,6 nm) chiziq orqali topiladi. Natriy birikmalari alangaga kiritilganda, alanga natriyga xos sariq rangga bo'yaladi. Qo'zg'atish manbai sifatida alanganing hamma turlaridan foydalanish mumkin bo'lsa-da, ularning eng afzali past haroratli alangadir, chunki bunday holatda, boshqa ishqoriy-yer metallari kam xalaqit beradi.

Natriyni ionlanish potentsiali nisbatan katta (5,14 eV) bo'lganligi uchun konsentratsiya egri chizig'ining shaklida atom og'irligi katta bo'lgan ishqoriy metallarniki kabi egilish kuzatilmaydi. Bunda chiqarilayotgan nurning intensivligi bilan elementning konsentratsiyasi orasida chiziqli bog'lanish kuzatiladi. Konsentratsiya 10—20 mkg/ml dan katta bo'lganda yorug'lik intensivligi $\sqrt{C}$ ga mutanosib bo'ladi.

Suvdagi natriyni aniqlash uchun distillangan suvni kalsiy, magniy va kaliy xloridlar bilan boyitib tayyorlangan bufer eritma ishlatiladi. Analizni bajarishda 25 ml aniqlanadigan suvga 1 ml bufer eritma qo'shib aralashtiriladi va uning spektri o'rganiladi. O'lchash natijasi tarkibida bufer bo'lgan standart eritmalar bilan solishtiriladi.

Yer osti sizot suvlarida natriyning miqdori 250 mkg/ml gacha boradi. Agar natriyning konsentratsiyasi 100 mkg/ml dan kam bo'lsa, bufer eritmadan foydalanishga zarurat bo'lmaydi. Bunda tekshiriladigan suv namunasi distillangan suv bilan suyultiriladi.

Standart eritmalar tayyorlash uchun natriy xloridning «analiz uchun toza» nusxali, 110 °C haroratda massasi o'zgarmay qolguncha qizdirilgan namunasi ishlatiladi. Ishchi eritmalar asosiy standart eritmani (1 mg/ml Na) suyultirish orqali tayyorlanadi.

Ishni bajarish tartibi. «Analiz uchun toza» nusxali NaCl bidistillyatda eritilib, Na bo'yicha konsentratsiyasi 1 mg/ml bo'lgan standart eritma tayyorlanadi. Standart eritma bidistillyatda eritiladi va Na bo'yicha konsentratsiyalari 2, 4, 6, 8, 10 mkg/ml bo'lgan ishchi eritmalar tayyorlanadi. Tarkibida 0,4—0,5 mg natriy bo'lgan tekshiriladigan eritma hajmi 100 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga o'tkaziladi va kolbada qo'yilgan belgigacha bidistillyat quyib suyultiriladi. Analiz qilinayotgan va standart eritmalar maxsus plastmassa stakanchalarga quyiladi. Alanga fotometri yordamida standart va analiz qilinayotgan eritmalarining signallari o'lchanadi. Standart eritmalarining konsentratsiyasi va signallari orasidagi bog'lanishni ifodalovchi darajalash chizmasi tuziladi. Darajalash chizmasidan foydalanib analiz qilinayotgan eritmadagi natriyning konsentratsiyasi va miqdori topiladi.

6. MOLEKULAR SPEKTROSKOPIYA

Ikki-uch atomli molekullalarda molekulani tashkil etgan elektronlar va yadrolar hamda butun molekulaning fazodagi harakati atomlardagiga qaraganda ancha murakkab bo'ladi. Molekulada uch xil: elektronlar, tebranma va aylanma harakat mavjud. Ana shu murakkab harakatlar molekular spektrlarining o'ziga xos xususiyatlarini belgilaydi va ularni atomlar spektridan farqlaydi.

Spektrning ultrabinafsha va ko'rinadigan sohalarida chiziqli spektrlar o'rnida kengligi har xil bo'lgan yo'laklardan iborat spektr hosil bo'ladi. Bu spektr molekulaning elektron spektridir. Molekulalarning tebranma harakatlari natijasida paydo bo'ladigan alohida yo'laklardan iborat bo'lgan tebranish spektrlari optik spektrning yaqin infraqizil sohasida joylashgan. Molekulaning aylanma harakatlari natijasida hosil bo'ladigan va shuning uchun aylanish spektrlari deb ataladigan alohida chiziqlardan tashkil topgan spektrlari spektrning uzoq infraqizil va mikroto'lqin sohalarida joylashgan. Yuqoridagilarga asoslanib molekulaning statsionar holatdagi to'liq energiyasi (E) elektron, tebranish va aylanish harakatlari energiyalarining yig'indisi sifatida ifodalanishi mumkin:

$$E = E_e + E_m + E_a \quad (6.1)$$

Shuni ta'kidlash joizki, masalaga yanada batafsilroq qaraladigan bo'lsa, bu harakatlarning o'zaro ta'siri ham hisobga olinishi kerak. Bu holda (6.2) tenglama quyidagicha yoziladi:

$$E = E_e + E_m + E_a + E_{e-m} + E_{e-a} + E_{m-a} \quad (6.2)$$

bu yerda, E_{e-m} – elektron va tebranish harakatlarining o'zaro ta'sir energiyasi, E_{e-a} – elektron va aylanish harakatlarining o'zaro ta'sir energiyasi, E_{m-a} – tebranish va aylanish harakatlarining o'zaro ta'sir energiyasi.

Ba'zi hollarda (6.2) tenglamadagi oxirgi uch hadning ulushi ancha katta bo'lishiga qaramay, (6.1) yaqinlashish yetarli darajada qanoatlanarli hisoblanadi va buni tajriba natijalari tasdiqlaydi.

Nazariya va tajriba shuni ko'rsatadiki, molekula elektron harakatining energiyasi (molekulaning elektron energiyasi atom energiyasi tartibida bo'ladi) tebranish harakati energiyasidan juda

katta, tebranish energiyasi esa aylanish energiyasidan keskin farq qiladi va ular quyidagi munosabatga ega: $E_{\text{tebranish}} \gg E_{\text{aylanish}} \gg E_{\text{elektron}}$.

Agar energiya kJ/mol tarzida ifodalansa, $E_{\text{tebranish}} \approx 500$ kJ/mol, $E_{\text{aylanish}} \approx 5-50$ kJ/mol, $E_{\text{elektron}} \approx 0,05-0,5$ kJ/mol bo'ladi. Energiyalar orasidagi shu farq elektron, tebranish va aylanish spektrlarining elektromagnit nur to'lqin uzunligi va chastotasiga ko'ra spektrning turli sohalarida joylashishiga sabab bo'ladi. Hisoblashlar shuni ko'rsatadiki:

$$\nu_{\text{tebranish}} / \nu_{\text{aylanish}} = \sqrt{m_e / m_N} \quad \nu_{\text{elektron}} / \nu_{\text{aylanish}} = m_e / m_N \quad (6.3)$$

bu yerda, $\nu_e, \nu_{\text{tebranish}}$ va ν_{aylanish} – mos ravishda elektron, tebranish va aylanish spektrlari kuzatiladigan chastotalarning qiymatlari, m_e – elektron va m_N – yadro massalari. Bulardan esa

$$\nu_{\text{tebranish}} \approx (0,01 + 0,1) \nu_e; \quad \nu_{\text{aylanish}} \approx (0,0001 + 0,001) \nu_e \quad (6.4)$$

kelib chiqadi. Boshqacha qilib aytganda, agar elektron spektrlari 10000 sm^{-1} va undan katta chastota oralig'ida joylashsa, tebranish spektrlari taxminan 100 dan 10000 sm^{-1} (to'lqin uzunligi 1 mkm dan 100 mkm gacha), aylanish spektrlari esa 100 sm^{-1} ($\lambda > 100 \text{ mkm}$) dan kam sohani egallaydi.

Buger-Lambert-Ber qonuniga ko'ra qattiq jism, gaz yoki eritma orqali o'tayotgan yorug'lik oqimi intensivligining kamayishi tadqiq qilinayotgan nur yutuvchi moddaning konsentratsiyasi (c), molekulaning nur yutish qobiliyatini xarakterlaydigan molyar yutilish koeffitsienti – ϵ [$l/(\text{mol} \cdot \text{sm})$] va yorug'lik nurining optik yo'li, ya'ni, kyuvetaning qalinligiga (l) bog'liq:

$$A = \epsilon l C \quad (6.5)$$

Fotometrik tahlilda aniqlanayotgan moddaning konsentratsiyasini hisoblashda (6.5) ifoda ishlatiladi.

Yorug'likni yutuvchi bir nechta birikmalar eritilgan aralashmaning optik zichligi, agar ular bir-biri bilan o'zaro ta'sirlashmasa, additiv xossaga ega:

$$A = A_1 + A_2 + A_3 + \dots + A_n \quad (6.6)$$

yoki

$$A = (\epsilon_1 C_1 + \epsilon_2 C_2 + \epsilon_3 C_3 + \dots + \epsilon_n C_n) l \quad (6.7)$$

Tarkibida yutilish yo'laklari spektrning turli qismlarida joylashgan yutuvchi birikmalarni o'z ichiga olgan aralashmani fotometrik analiz

qilishda hisoblashlar uchun (6.7) tenglama ishlatiladi. Bunda aralashmaning optik zichligi bir nechta to'liq uzunliklarida o'lchanadi va tenglamalar sistemasi tuziladi. So'ngra tuzilgan tenglama $C_1, C_2, C_3, \dots, C_n$ konsentratsiyalarga nisbatan yechiladi.

6.1. Spektrofotometriya

Fotometrik usullar rangli birikmalarning yutilish spektrlarini tekshirishga asoslangan. Fotometrik analizda yutilish yo'lagining kengligi katta ahamiyatga ega bo'lib, yo'lakning kengligi qancha katta bo'lsa, moddalar aralashmasini analiz qilish shuncha qiyin bo'ladi. Rang hosil qiluvchi reaktivning va kompleksning yutilish yo'laklari keng bo'lsa, ularning bir-birini o'zaro qoplash, ya'ni ustma-ust tushish, ehtimoli ortadi. Bu esa o'z navbatida analizni murakkablashtiradi. Yo'lakning kengligi uning *yarim kengligi* deb ataladigan kattalik bilan tasvirlanadi. Ko'pchilik hollarda oddiy molekulalar uchun yutilish yo'lagining yarim kengligi 80–100 nm ga teng. Bu kattalik qancha kichik bo'lsa, analiz shuncha yaxshi bo'ladi. Moddani fotometrik usul bilan aniqlash ikki qismdan iborat bo'ladi: aniqlanadigan moddani elektromagnit nurlarni yutadigan birikmaga aylantirish va hosil qilingan birikma eritmasi yutgan elektromagnit nurlar intensivligini o'lchash.

Amalda hamma elementlarni aniqlash uchun fotometrik usullar ishlab chiqilgan. Biroq eritmalari spektrning ultrabinafsha, ko'rinadigan va yaqin infraqizil sohalarida yutadigan ba'zi ionlarning birikmalarini olish uchun kimyoviy reaksiyalar ishlab chiqilmagan. Bunday moddalarni aniqlash uchun bilvosita usullardan foydalaniladi.

6.2. KFK-2 fotoelektrik kolorimetrlarning tuzilishi va ishlashi

Konsentratsiyani o'lchaydigan KFK-2 fotoelektrik kolorimetri suyuq va qattiq holatdagi shaffof moddalardan 315–980 nm oraliqdagi yorug'lik nurlari o'tganda, ularning optik zichliklarini o'lchash orqali eritmadagi moddaning konsentratsiyasini aniqlashga mo'ljallangan. Asbobda tegishli to'liq uzunlikka ega bo'lgan yorug'lik nurlarini ajratib berish uchun turli yorug'lik filtrlari o'rnatilgan.

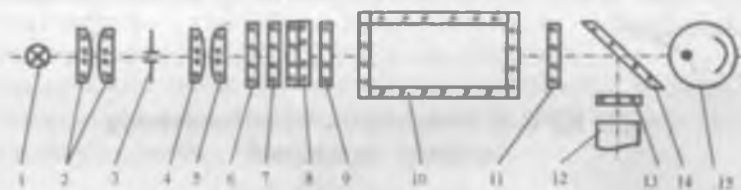
Kolorimetrning tuzilishi va ishlashi. O'tkazish koeffitsientini o'lchash uchun yorug'lik qabul qiluvchi elementga I_0 to'lig'icha va tekshiriladigan namuna orqali o'tgan I yorug'lik oqimlari yo'naltiriladi. Bu oqimlarning nisbati tekshirilayotgan eritmaning o'tkazish koeffitsienti T bo'ladi:

$$T = \frac{I}{I_0} \cdot 100\% \quad (6.8)$$

Kolorimetrda bu nisbatni aniqlash uchun oldin yorug'likning yo'lga erituvchi yoki standart eritma solingan kyuveta qo'yiladi va kolorimetrning sezgirligini o'zgartirib, galvanometrning strelkasi o'tkazish koeffitsientlari shkalasining 100 raqami qarshisiga to'g'rilanadi. Shunday qilish orqali to'liq yorug'lik oqimi I_0 shartli ravishda 100% ga teng, deb qabul qilinadi. Bu shart erituvchida nur yutuvchi erigan moddaning zarrachalari bo'lmaganda u yorug'likni yutmasdan 100% o'tkazib yuborishi kerak, degan mulohazaga asoslangan. Keyin yorug'likning yo'lga tekshiriladigan eritma solingan kyuveta qo'yiladi. Galvanometrning o'tkazish koeffitsienti shkalasidan olingan hisob raqami n , I ga mos keladi. Demak, eritmaning foizlarda o'lchangan o'tkazish koeffitsienti $T (\%) = n$ bo'ladi. Optik zichlik A quyidagi formula orqali topiladi.

$$A = -\lg \frac{I}{I_0} = -\lg \frac{T}{100} = 2 - \lg T \quad (6.9)$$

Kolorimetrning optik sxemasi. Kolorimetrning optik sxemasi 6.19-rasmda keltirilgan. Yoritish lampasining 1 yorug'lik chiqarayotgan simining tasviri 2 kondensor linza yordamida 3 tirqish tekisligiga tushiriladi.



6.1-rasm. Kolorimetrning optik sxemasi

Tirqish aylana shaklida bo'lib, uning diametri 2 mm ga teng. Bu tasvir 4, 5 obyektivlar yordamida undan 300 mm uzoqdagi tekislikka 10^4 marta kattalashtirib tushiriladi. Yorug'likning yo'lga 9, 11 himoya qiluvchi shishalar orasidagi joyga eritma solingan 10 kyuveta

o'rnatiladi. Lampa uzluksiz spektrining tor qismlarini ajratish uchun kolorimetrda 8 yorug'lik filtrlari o'rnatilgan. 6 yorug'lik filtri namunani issiqlikdan himoyalaydi, u spektrning ko'zga ko'rinuvchi qismi (400–490 nm) eritmadan o'tayotganda nur yo'liga o'rnatiladi. To'liq uzunligi 400–540 nm bo'lgan spektr sohasi ishlatilganda, yorug'lik oqimini susaytirish uchun 7 neytral yorug'lik filtrlaridan foydalaniladi.

Yorug'lik oqimini 14 plastinka ikkiga bo'ladi, uning 10 foizi FD-24K fotodiodga, qolgan 90 foizi esa F-26 fotoelementga yo'naltiriladi. Har xil rangli yorug'lik filtrlari bilan ishlagan vaqtda fotodioddan olinadigan fototoklarni tenglashtirish uchun ularning oldiga SZS-16 rangli shishadan tayyorlangan 13 yorug'lik filtri o'rnatiladi.

Kolorimetr tarkibiy qismlarining tuzilishi va ishlashi. Kolorimetr yoritish lampasi, gardishga o'rnatilgan yorug'likni to'plovchi, buruvchi va yutuvchi optik elementlar, yorug'lik filtrlari, o'zgarmas tokni kuchaytiruvchi va sozlaydigan elementlarni o'z ichiga olgan fotometrik qurilma, qayd qiluvchi galvanometr va yoritish lampasi hamda boshqa elektr energiyasi iste'mol qiladigan qismlarni energiya bilan ta'minlovchi energiya blokidan tuzilgan.

Yorug'lik manbai. Yoritgich mexanizmining tuzilishi lampani to'g'ri o'rnatish uchun o'zaro perpendikulyar bo'lgan uch yo'nalish bo'yicha siljitishga imkon beradi.

Yorug'lik filtrlari. Yorug'lik filtrlari aylana shaklida bo'lib, diskka o'rnatilgan. Yorug'lik filtrlari yorug'likning yo'liga 3 dasta yordamida kiritiladi (6.2-rasm).



6.2-rasm. KFK-2 fotoelektrik kolorimetrning old tomonidan ko'rinishi

Yorug'lik filtrlarining spektral xarakteristikalari 6.1-jadvalda keltirilgan.

6.1-jadval

Kolorimetrning yorug'lik filtrlari

Diskdagi yozuv	Asbobdagi yozuv	Filtrning o'tkazish maksimumiga to'g'ri keladigan yorug'likning to'lqin uzunligi, nm	O'tkazish polosasining yarim kengligi, nm
1	315	315±5	35±15
2	364	364±5	25±10
3	400	400±	45±10
4	440	440±10	40±15
5	490	490±10	35±10
6	540	540±10	25±10
7	590	590±10	25±10
8	670	670±5	20±5
9	750	750±5	20±5
10	870	870±5	25±5
11	980	980±5	25±5

Kyuveta ushlagich. Kyuveta ushlagichga ikkita kyuveta o'rnatish mumkin. Kyuvetalarning biriga erituvchi yoki standart eritma, ikkinchisiga esa tekshiriladigan eritma solinadi. Kyuveta ushlagich kyuvetalar bo'lmasining stoliga o'rnatiladi. Kyuvetalarni yorug'lik yo'liga to'g'rilash 4 dasta (6.15-rasm) yordamida amalga oshiriladi. Kyuveta bo'lmasining 7 qopqog'i ochiq bo'lganda, yorug'lik qabul qilgichlar oldidagi oyna temir parda bilan yopiladi. Yorug'lik qabul qilgichlar 5 dasta yordamida ulanadi.

Qayd qilish asbobi. Signalni qayd qiluvchi o'lchash asbobi sifatida M907-10 turidagi 1 mikroampermetr ishlatiladi. Mikroampermetr qopqog'ining orqa tomonida o'lchash chegarasi 0,1 V dan ko'p bo'lmagan raqamli voltmetrni ulash uchun joy 1 (6.3-rasm) qo'yilgan.



6.3-rasm. Kolorimetr orqa tomonining ko'rinishi:

1-voltmetr ulash joyi; 2-asbobni elektr manbaiga ulovchi sim; 3-asbobni yerga ulash joyi; 4-saqлагich; 5-asbobni tok manbaiga ulash tugmasi; 6-yon blokni berkitish dastasi

Asbobni ishlatish bo'yicha umumiy ko'rsatmalar. Kolorimetr old tomonining chap qismida qora rang bilan 315, 364, 400, 440, 490, 540 bilan belgilangan yorug'lik filtrlari va asbobning sezgirligini boshqarish uchun qora rangli «1», «2», «3» «чувствительность» dastalari o'rnatilgan. 315-540 nm oralig'ida ishlaganda «чувствительность» dastalari ham qora rangli «1», «2» va «3» raqamlariga o'rnatiladi. O'lchashlar qizil rangli 590, 670, 750, 870, 980 nm to'lqin uzunliklariga ega bo'lgan yorug'lik filtrlari yordamida olib borilganda, «чувствительность» dastasi ham qizil yozuvli «1», «2», «3» holatlardan biriga o'rnatiladi. Kyuvetalar yorug'lik tushadigan va chiqadigan derazalarining yuzalari toza bo'lishi kerak. Bu tomonlar yuzasida dog' yoki eritmaning tomchisi qolgan bo'lsa, u o'lchash natijalari aniqligini pasaytiradi. Kyuvetalarni kyuveta ushlagichga qo'yish va undan olishda kyuvetaning yorug'lik tushadigan va chiqadigan tomonlari barmoq bilan ushlanmasligi kerak. Kyuvetaga quyiladigan suyuqlikning balandligi uning yon devoriga chizilgan belgi bilan bir xil bo'lishi kerak. Yorug'likning yo'liga navbatdagi yorug'lik filtrini o'rnatishda «чувствительность» dastasi «1» holatga qo'yilishi va «установка 100 грубо» dastasi chap tomonga to'liq buralgan bo'lishi kerak. Bu bilan qayd qiluvchi mikroampermetrga katta tok berishning

oldi olinib, asbobning ishlash muddati uzaytiriladi. Yorug'lik filtrini almashtirgandan so'ng yorug'lik qabul qilgichga 5 daqiqa davomida yorug'lik tushirib, keyin o'lchash boshlanadi.

Asbobni ishga tayyorlash. O'lchashga 15 daqiqa qolganda kolorimetрни tokka ulash kerak. Asbob qiziyotgan vaqtda kyuvetalar bo'lmasi ochiq holda bo'lishi kerak. Bu holatda yorug'lik qabul qilgichlarga tushayotgan yorug'lik oqimi parda bilan to'siladi va ular ishdan chiqishining oldi olinadi. Yorug'likning yo'liga o'lchash uchun zarur bo'lgan yorug'lik filtrlari o'rnatiladi. Kolorimetrning sezgirliги eng kichik bo'lgan «1» raqami qarshisiga o'rnatiladi. «Установка 100 грубо» dastasi esa chapga oxirigacha buraladi. O'lchashni bajarishdan oldin va yorug'lik qabul qilgichlarni almashtirganda, kyuvetalar bo'lmasini ochib qo'yib, yorug'lik qabul qilgichlarga yorug'lik tushmagan vaqtda asbob strelkasi «T %» shkala bo'yicha «0» ga to'g'rilanadi. Buning uchun asbob o'ng tomonining pastida joylashgan «0» yozuvli vint tegishli tomonga buraladi.

Eritmaning o'tkazish koeffitsientini yoki optik zichligini o'lchash. Yorug'likning yo'liga erituvchi solingan kyuveta o'rnatiladi va kyuvetalar bo'lmasining qopqog'i yopiladi. «Чувствительность», «установка 100 грубо» va «точно» dastalari yordamida kolorimetrning strelkasi «T%» shkalasi bo'yicha «100» ga to'g'rilanadi. So'ngra kyuvetalarning o'rnini almashtiradigan dasta yordamida yorug'likning yo'liga eritma solingan kyuveta o'rnatiladi. Eritmaning o'tkazish koeffitsientiga tegishli hisob «T%» shkaladan, optik zichligiga tegishli hisob esa «A» shkaladan yozib olinadi. Tegishli kattaliklar kamida 3 marta o'lchanib, uning arifmetik o'rtacha qiymati topiladi.

6.3. Optizen III spektrofotometrining tuzilishi va ishlash tartibi

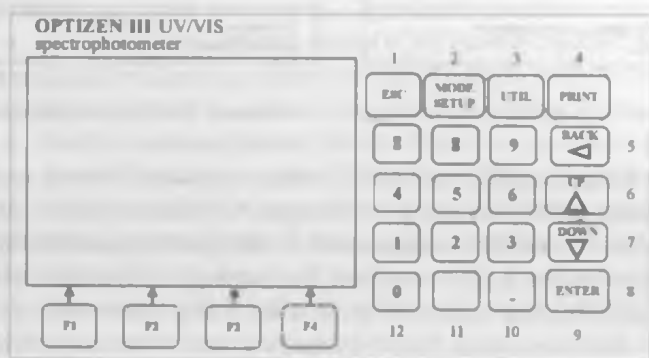
Janubiy Koreyaning DUKSAN MECASYS CO., LTD firmasi ishlab chiqarayotgan Optizen III spektrofotometri yorug'likning ultrabinafsha va ko'rinadigan sohalarida (190-1100 nm) ishlatish uchun mo'ljallangan. Optizen III ni yorug'likning ko'rinadigan sohasida ishlashini volfram-galogen va ultrabinafsha sohasida ishlashini esa deyteriy lampalari ta'minlaydi.

Optizen spektrofotometrlari suvli eritmalarni katta aniqlik bilan tekshirishga imkon beradi. Asbobni shaxsiy kompyuterlarga ulash mumkin. Uning Optizen View programmasi Windows-95/98 muhitida ishlab, asbob ishini nazorat qilish, o'lchash natijalarini qayta ishlashga imkon yaratadi.

Spektrofotometr quyidagi qismlardan tashkil topgan: yoritish manbai, monoxromator, kyuvetalar bo'lmasi, elektron hisoblash mashinasi, displey va klaviatura (6.4-rasm). Spektrofotometrning monoxromatorida 1 mm da 1200 chiziqli bo'lgan golografik difraksiyon panjara ishlatilgan.

Asosiy amallar. 1. Spektrofotometrni ishga tushirish. Elektr toki kabeli manbaga ulanadi va asbobning orqasidagi tokka ulash tugmasi «ON» holatiga o'rnatiladi. Displeyda Optizen III belgisi ko'ringach, initsializatsiya boshlanadi va asbobning holati tekshiriladi. Agar xato topilmasa, ekranda asosiy oyna paydo bo'ladi (6.5-rasm).

Initsializatsiya taxminan 20 sek davom etadi. Asbob tokka ulangandan so'ng 30 daqiqa isitiladi, shunda u barqaror ishlaydi.



6.4-rasm. Optizen III spektrofotometri displeyining ekrani va klaviaturasining ko'rinishi

2. Tugmalar bilan ishlash. Asbobning yozuvli tugmalari quyidagi amallarni bajarish uchun xizmat qiladi:

[ESC] – muayyan rejimdan chiqish yoki kiritilgan ma'lumotni bekor qilish.

[MODE SETUP] – tegishli ish rejimini o'rnatish.

[UNIL] – utilitalar rejimiga o'tish.

[PRINT] – natijani qog'ozga bosish.

[BACK] – kiritilgan qiymatni tuzatish.

[UP] – keyingi kyuvetaning tartib raqamini tanlash.

[DOWN] – oldingi kyuvetaning tartib raqamini tanlash.

[ENTER] – kiritishni tasdiqlash yoki ma'lum bir amalni bajarish.

[-] – minus belgisini kiritish.

[.] – nuqta belgisini kiritish.

0-9 – 0 dan 9 gacha bo'lgan sonlarni kiritish.

F1 – F2 – ma'lum bir o'lchash rejimiga doir har xil amallarni bajarish.

MAIN MENU	POTIZEN by DE MECASYS
1. ABS% ICONC 2. SURVEY SCAN 3. STANDARD CURVE 4. ABS RATIO 5. KINETICS 6. COMMUNICATION	
To select option, press number of selection.	

6.5-rasm. Asbobning asosiy oynasi

UTILITIES	POTIZEN by DE MECASYS
1. Lamp Change WL : 378nm 2. Lamp Start Mode : OFF 3. LCD Back light : ON 4. Cell Holder Speed : SLOW 5. Select Unit	
To change item, press number of selection. Press ESC to return.	

6.6-rasm. Foydali amallar oynasi

3. O'lchash usulini tanlash. Asosiy oynada o'lchash usullari va ularning tartib raqami ko'rsatilgan. O'lchash usulini tanlash uchun klaviaturadan unga mos keladigan raqam yozilgan tugmacha bosiladi. Bir usuldan boshqasiga o'tganda, oldingi usulga tegishli ma'lumotlar protsessorning xotirasida saqlab qolinadi. Odatda, ekran yuqori qismining chap tomonida sarlavha, o'ng tomonida esa ma'lumotlar haqida axborot, bosib chiqish holati va kyuvetaning tartib raqami joylashgan bo'ladi. Markazda esa chizmalar yoki o'lchashlarning tafsilotlari joylashadi. Ekraning pastki qismida tushuntirish, buyruq va funksiyalar uchun menyular joylashgan.

4. Kyuveta tanlash usuli. Kyuvetalar bo'limasiga bir vaqtda 8 ta kyuveta joylashtirish mumkin. Kyuvetalarning o'rni «B, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7» raqamlari bilan belgilangan va ularni tanlash uchun [UP] (yuqoriga), [DOWN] (pastga) tugmalari ishlatiladi. «B» o'rin faqat standart namuna (erituvchi) solingan kyuveta uchun ishlatiladi.

Foydali amallar (utilitalar, maslahatlar). Klaviaturadagi [UTIL] tugmasi bosilganda ekranda 6.6-rasmdagi oyna ko'rinadi.

1. Yorug'lik manbaini o'zgartirish (Lamp change WL). Optizen III ning yorug'likning ko'rinadigan sohasida ishlashini volfram-galogen va ultrabinafsha sohasida ishlashini esa deyteriy lampalari ta'minlaydi. O'lchayotganda deyteriy lampasi chiqaradigan yorug'lik bilan volfram-galogen lampasi chiqaradigan yorug'lik sohalarini ajratadigan to'lqin uzunligini kiritish mumkin. Bu to'lqin uzunligi 350 va 470 nm orasida bo'lishi lozim. Asbobda o'rnatilgan to'lqin uzunligining qiymati esa 370 nm.

2. Lampa sarflayotgan energiyani tejash rejimi (Lamp Saving Mode). Bu rejim ishlatilmayotgan lampani avtomatik ravishda elektr manбайдan uzadi. Lampa yoqilgan holatda (ON), to'lqin uzunligi ko'rinadigan sohadan ultrabinafsha yoki ultrabinafsha sohadan ko'rinadigan sohaga o'zgartirilganda, lampalar ma'lum muddat sovitiladi.

3. LCD displeyni yoritish (LCD Back-light). Displeyning orqa tomonida joylashgan lampani o'chirish yoki yondirish orqali ekranning yoritilish darajasini o'zgartirish mumkin.

4. Kyuvetani almashtirish tezligi (Cell Holder Speed). Kyuvetalar o'rnatilgan stolchanning aylanish tezligini tanlash muhim bo'lib, sekin (Slow) rejimi o'rnatilganda aniqroq natijani kutish mumkin.

5. Birlik tanlash (Select Unit). Birliklar va ularning tartib raqamlari 6-rasmdagi oynada keltirilgan. Tegishli birlikni tanlash uchun klaviaturadan uning tartib raqami yozilgan tugma bosiladi.

O'lchash usullari va ularni o'rnatadigan amallar. Asbobda amalga oshirish mumkin bo'lgan o'lchash usullariga eritmaning elektron yutilish spektrini (SURVEY SCAN) olish, optik zichlik, o'tkazish koeffitsienti va konsentratsiya (ABC/%T/CONC), darajalash chizmasi (STANDARD CURVE) yordamida konsentratsiyani aniqlash, optik zichliklar nisbati (ABS RATIO) va kimyoviy reaksiyalarning kinetik kattaliklarini o'lchash (Simple Kinetics) kiradi.

Optik zichlik, o'tkazish koeffitsienti va konsentratsiyani baholash usuli (ABC/%T/CONC) da o'lchash ishlarini bajarish uchun displey ekranida asbobning asosiy menyusi (6.5-rasm) ko'ringan vaqtda klaviaturaning 1 raqami tugmasi bosiladi. Bunda ekranda 6.7-rasmda ko'rsatilgan oyna paydo bo'ladi.

1. O'lchash usulining oynasi va boshlang'ich qiymatlar (6.7-rasm) (Test Mode Screen & Initial Values). Bu usul to'lqin uzunligi va

kyuvetani tanlab, optik zichlik, o'tkazish koeffitsienti va konsentratsiyani o'lchashga imkon beradi.

Boshlang'ich qiymatlar quyidagicha:

Kyuveta – 0(V); to'lqin uzunligi – 600.0 nm; X – 1.00; Y – 0.00.

ABS/%T/CONC		SLO: 1.0		
TEXT		600.0 nm	EN1: 0.0	
IN	C	WL	ABS	%T
1	1	600.0	1.612	2.64
2	1	600.0	1.734	1.84
3	1	600.0	1.265	1.36
4	1	600.0	1.931	1.36
5	3	600.0	0.697	20.64
6	3	600.0		

Ready

ABS/%T/CONC		SLO: 1.0		
MODE SETUP		600.0 nm	EN1: 0.0	
1. Clear Data 2. Programming Mode : OFF 3. Single Cell Mode : OFF 4. Scroll Mode : OFF				
To change item, press number of selection. Press ESC to return.				

6.7-rasm. O'lchash usuli oynasi:

TN-o'lchashning tartib raqami;

C-kyuvetaning tartib raqami;

WL-namunaga tushayotgan

yorug'likning to'lqin uzunligi;

ABS-optik zichlik (A);

%T-o'tkazish koeffitsienti;

s-konsentratsiya

6.8-rasm. ABS/%T/CONC o'lchash usulini o'rnatish oynasi

2. Qadam-baqadam o'lchash (Measure Step by Step) uchun to'lqin uzunligini [NEW W.L.] kiritish uchun [F1] tugmasi bosiladi. Tegishli to'lqin uzunligi (nm) klaviaturadagi raqamlar tugmalari (masalan, 600.0 nm) va [ENTER] tugmasini bosish orqali kiritiladi. Kyuvetaning tartib raqami [DOWN] va [UP] tugmalari yordamida tanlanadi. [MEASURE] menyusining qarshisidagi [F2] tugmasi bosilganda, asbob o'lchashni amalga oshiradi va uning natijasi ekranda jadval ko'rinishida paydo bo'ladi. Tanlangan har bir to'lqin uzunligi uchun yuqoridagi amallar takrorlanadi.

3. Darajalash chizmasi bo'yicha konsentratsiyani o'lchash (Measure by Standard Curve) uchun [MEAS.S] bosiladi. Bu rejimda darajalash chizmasi oldindan saqlangan darajalash chizmasi bo'yicha o'lchash amalga oshiriladi. Oynada [MEAS.S] chiqishi uchun (6.7-rasm) [MEAS.S] bilan namunaning konsentratsiyasini o'lchash uchun yorug'likning yo'lga tegishli kyuveta o'rnatiladi, [UP] va [DOWN] tugmalari bosiladi.

4. Programma bo'yicha o'lchash rejimi (User Programming Measure). Klaviaturadan [MODE SETUP] yozuvli tugma bosiladi, ekranda «ABS/%T/CONC MODE SETUP» oynasi (6.8-rasm) paydo bo'ladi. Klaviaturadagi [2] raqamli tugma bosilganda, ekranda «PROGRAMMING SELECTION» oynasi ko'rinadi (6.9-rasm).

PROGRAMMING SELECTION	YOU CAN SELECT 0-9 WL & 1-7 CELL
1. To Select WL. 2. Clear All WL. Data 3. To Select Cell 4. To Select SW : OFF	
To select item, press number of selection. Press ESC to return	

6.9-rasm. Dasturli o'lchash rejimini o'rnatish oynasi

ABS/%T/CONC TEST		306.5 mm		SLO.: 1.0		INT.: 0.0		1	
WL	CELL	WL	ABS	%T	C				
1	1	306.5	1.012	0.02	3.01				
2	1	306.5							

Ready...

NEW WL | MEASURE | UP | DOWN

6.10-rasm. O'lchash natijalarining ko'rinishi

Bu oynadan to'lqin uzunliklari qiymatlari, namunali kyuvetalarning tartib raqamlari tanlanadi. [ESC] tugmasini bosib, TEST rejimiga (6.10-rasm) qaytiladi va o'lchash uchun [F2] tugmasi bosiladi.

ABS/%T/CONC TEST		306.5 mm		SLO.: 1.0		INT.: 0.0		1	
WL	CELL	WL	ABS	%T	C				
1	1	306.5	1.012	0.02	3.01				
2	1	306.5							

Make AUTOZERO?

NEW WL | AUTOZERO

6.11-rasm. To'g'ri chiziqli koeffitsientlarini kiritish oynasi

PROGRAMMING SELECTION	YOU CAN SELECT 0-9 WL & 1-7 CELL
WL0 : 500.0 mm WL1 : 500.0 mm WL2 : 600.0 mm WL3 : 600.0 mm WL4 : 700.0 mm WL5 : 750.0 mm	
Insert Wavelength : _ mm	

6.12-rasm. To'lqin uzunliklarining qiymatlarini kiritish oynasi

ABS/%T/CONC rejimda eritmaning konsentratsiyasi o'lchanganda, uning qiymati optik zichlik bilan bir xil chiqadi. Ekranda ko'rinadigan jadvalning ABS va C ustunlaridagi qiymatlar

bitta eritma uchun bir xil bo'ladi. Bu hol 6.10 va 6.11-rasmlarda ko'rsatilgan oynalardan ko'rinib turibdi. Buning sababi spektrofotometr kompyuteri eritmaning konsentratsiyasini

$$A=A_0+k \cdot c$$

formula (bu yerda, A – optik zichlik; A_0 – eritmaning konsentratsiyasi $c=0$ bo'lgandagi optik zichlik; c – konsentratsiya) bo'yicha o'lchagani uchun uning xotirasiga kiritilgan to'g'ri chiziq koefitsientlarining boshlang'ich qiymatlaridir. Bu qiymatlar 6.10 va 6.11-rasmlardagi oynalar yuqori qismining o'ng tomonida ko'rinib turibdi, ya'ni SLO: 1.0 (k) va INT: 0.0 (A_0). Eritmaning o'lchangan konsentratsiyasi aniq bo'lishi uchun standart eritmalarining konsentratsiyalari va o'lchangan optik zichliklar orasidagi bog'lanishni ifodalovchi darajalash chizmasi tuziladi. Chizmadan shu chiziqning koefitsientlari k (SLO) va A_0 (INT) topiladi. Bu qiymatlar 6.11-rasmda ko'rsatilgan oynadagi SLOPE va Y-INT menyulari yordamida kompyuterning xotirasiga kiritiladi. Eritmalarining optik zichliklari takror o'lchanadi. Bunda jadvalning konsentratsiya ustunida ko'ringan raqamlar haqiqiy konsentratsiyani ko'rsatib, optik zichlikdan farq qiladi.

ABS/%T/CONC usuliga tegishli ma'lumotlarni o'chirish uchun klaviaturadagi [1] raqamli tugma bosiladi va 6.9-rasmdagi oynadan To Select Cell yozuvi tanlanadi. Buning uchun klaviaturadan [3] raqamli tugma bosiladi.

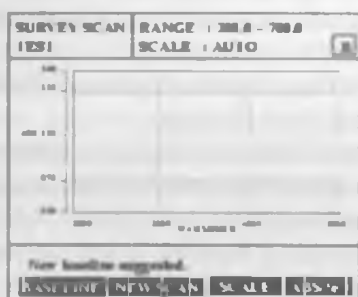
Dasturli rejim (Programming Mode)da bir nechta to'lqin uzunliklarda bir nechta kyuvetalardan foydalanib o'lchash mumkin. To'lqin uzunligini kiritish oynasining ko'rinishi 6.30-rasmda ko'rsatilgan. Bunda o'nta (WL0–WL9) to'lqin uzunligi qiymatlarini kiritish mumkin. Buning uchun dasturli rejim «Programming Select WL.» oynasining pastki qismidagi «to'lqin uzunligini kiritish» deb yozilgan joyiga tanlangan to'lqin uzunliklarining qiymati navbat bilan raqamli tugmalarni bosish orqali kiritiladi.

[ENTER] bilan 1 dan 7 gacha bo'lgan kyuvetalarning tartib raqamlarini tanlab, tanlangan kyuveta «ON» bilan belgilanadi. Tanlashni bekor qilish uchun [ESC] tugmasi ishlatiladi. Tanlanmagan kyuveta «OFF» bilan belgilanadi.

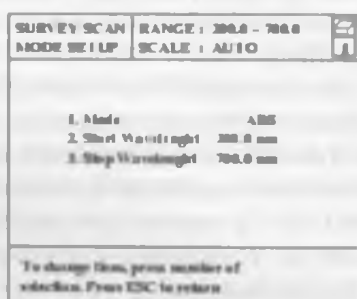
Muayyan to'lqin uzunliklari oraliq'ida namunaning elektron yutilish spektrlarini (SURVEY SCAN) o'lchash mumkin. Asbobning

asosiy oynasidan (6.5-rasm) «SURVEY SCAN» rejimi tanlanadi, buning uchun klaviaturadagi [2] raqamli tugma bosiladi. Ekranda SURVEY SCAN TEST oynasi (6.13-rasm) ko'rinadi. Asbobning shu rejimda ishlashi uchun zarur bo'lgan kattaliklarning boshlang'ich qiymatlarini kiritish uchun klaviaturaning [MODE SETUP] tugmasi bosiladi. Bunda ekranda 6.14-rasmda ko'rsatilgan oyna paydo bo'ladi.

Bu oyna yordamida o'lchanadigan kattalik (optik zichlik – ABS, o'tkazish koeffitsienti – T, %), o'lchash oralig'ining boshlang'ich va oxirgi to'lqin uzunliklari tanlanadi. Kyuvetalar bo'lmasining «B» yozuvli o'rniga erituvchi quyilgan kyuveta (agar toza suyuqlik tekshirilayotgan bo'lsa, bo'sh kyuveta), 1, 2, 3, 7 raqamli o'rinlariga tekshirilayotgan eritmalar solingan kyuvetalar o'rnatiladi.

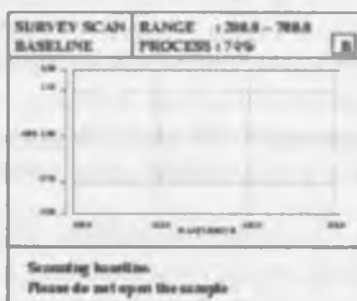


6.13-rasm. Elektron yutilish spektrini hosil qilish oynasi

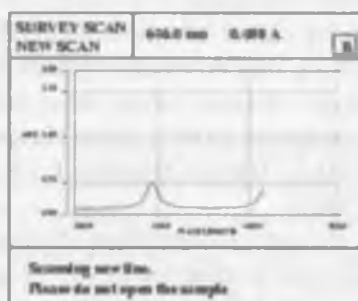


6.14-rasm. Boshlang'ich qiymatlarni o'rnatish rejimi oynasi

Kyuvetaning kvardsdan tayyorlangan tiniq oynalari yorug'lik kiradigan va chiqadigan tomonlarga to'g'rilab qo'yiladi. [BASELINE] yozuvining pastidagi [F1] tugmasi bosilsa, difraksion panjara tanlangan oraliqning boshlang'ich to'lqin uzunligiga to'g'ri keluvchi holatga o'rnatiladi. Optik zichlik $A = \lg I_0 / I$ bo'lganligi uchun eritmadan o'tayotgan monoxromatik nurning intensivligi I_0 100 % ga to'g'rilab olinadi. [BASELINE] amali yordamida oldin erituvchining (6.15-rasm), keyin esa yorug'likning yo'liga eritma solingan kyuveta o'rnatiladi va [NEW SCAN] amali orqali eritmaning elektron yutilish spektri (6.16-rasm) qayd qilinadi.



6.15-rasm. Erituvchining elektron yutilish spektrini olish

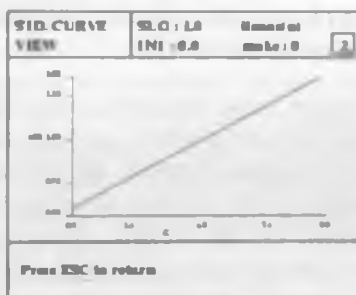


6.16-rasm. Namunaning elektron yutilish spektri

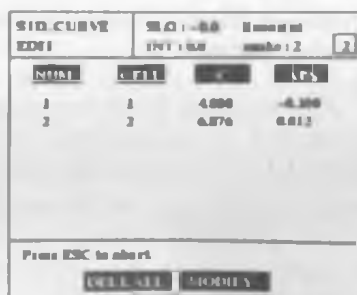
Tegishli oynalar yordamida eng ko'p yutilayotgan yorug'lik nurining to'liq uzunligi topiladi. To'liq uzunligining bu qiymati eritmaning konsentratsiyasini aniqlash va kinetik tadqiqotlarda ishlatiladi.

Ko'rish rejimi (View Mode). Standart chiziqni displeyda tasvirlash uchun [VIEW] menyusidan foydalaniladi (6.17-rasm).

Tuzatish rejimi (Edit Mode). Bu rejim konsentratsiya qiymatlarini tuzatish uchun ishlatiladi. Konsentratsiya qiymatlarini tuzatish uchun [MODIFY] menyusidan (6.18-rasm) foydalaniladi. [DEL ALL] menyusi yordamida konsentratsiyaning hamma qiymatlarini o'chirish mumkin.



6.17-rasm. Darajalash chizmasining ekrandagi tasviri



6.18-rasm. Tuzatish rejimi oynasi

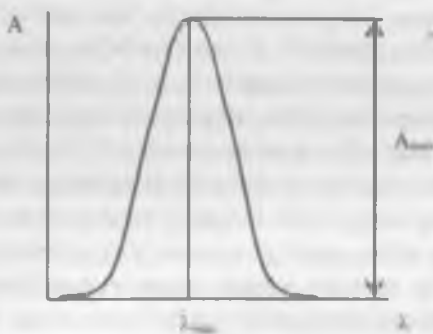
[MODIFY] menyusi qarshisidagi [F3] tugmani bosganda, ekranning pastida «Insert number for edit» yozuvi paydo bo'ladi.

Tuzatilishi kerak bo'lgan konsentratsiyaning tartib raqamini kiritib [ENTER] bosiladi. Bunda ekranning pastida «Insert Concentration» yozuvi chiqadi. So'ngra klaviaturadan konsentratsiyaning yangi qiymati kiritiladi va [ENTER] bosiladi. [ESC] tugmasini bosib, o'lchash oynasiga qaytiladi.

6.4. Elektron yutilish spektri yo'lagining asosiy kattaliklarini aniqlash

Elektron yutilish yo'laklarini xarakterlovchi yutilish yo'lagining maksimumiga to'g'ri keluvchi optik zichlik (A), yutilish yo'lagining maksimumiga to'g'ri keluvchi yutilgan nurning to'liq uzunligi (l , nm), yutilish yo'lagining maksimumiga to'g'ri keluvchi ekstinksiya koeffitsienti ($\epsilon_{\max}$) singari kattaliklarni aniqlash mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Ma'lum konsentratsiyali yutuvchi modda eritmasining (kaliy xromatning suvdagi yoki yodning CCl_4 yoki xloroformdagi eritmasi) elektron yutilish spektri o'lchanadi. Olingan natijalardan foydalanib, optik zichlikning (A) to'liq uzunligiga (l) bog'liqlik chizmasi chiziladi. Buning uchun koordinata sistemasining abssissa o'qiga λ , ordinata o'qiga esa unga mos kelgan A ning qiymatlari qo'yiladi (6.37-rasm). Yutilish yo'lagining maksimumiga to'g'ri keluvchi optik zichlik ($A_{\max}$) topiladi.



6.19-rasm. Elektron yutilish spektrining yutilish yo'lagi

Chizmadan mazkur optik zichlikning maksimumiga to'g'ri keladigan to'liq uzunligi qiymati $\lambda_{\max}$ topiladi. Buning uchun spektral

chiziq konturining A maksimal qiymatiga to'g'ri kelgan nuqtasidan λ o'qiga perpendikulyar chiziq tushiriladi. Perpendikulyar chiziq kesib o'tgan nuqtadagi λ ning qiymati $\lambda_{\max}$ deb olinadi. Yutilish yo'lagining eng yuqori nuqtasiga to'g'ri keluvchi ekstinksiya koeffitsienti topiladi. Buning uchun optik zichlikning $A_{\max}$ qiymatidan foydalanib, eritmaning ekstinksiya koeffitsienti formula orqali hisoblanadi (bu yerda, A_{λ} — eritmaning $\lambda_{\max}$ qiymatga mos keluvchi optik zichligi, c — eritmaning konsentratsiyasi, mol/l, l — eritmaning qalinligi, sm).

6.5. Eritmadagi temir (III) ionining konsentratsiyasini aniqlash

Temir eritmalarda ikki va uch valentli ionlar ko'rinishida bo'ladi. Temir (III) ning birikmalari temir (II) birikmalariga qaraganda barqarorroq bo'ladi. Temirning ikki va uch valentli ionlari xromofor xossasiga ega. Shuning uchun fotokolorimetrik aniqlashlarda xromofor gruppasiga ega bo'lmagan reagentlardan foydalanish ham mumkin.

Eritmadagi temir (III) ionini ammoniy rodanid yordamida aniqlash. Kuchli bo'lmagan kislotali muhitda rodanid ioni temir (III) ion bilan qizil rangli kompleks birikma hosil qiladi. Temir (II) ionini oksidlab, Fe (III) ga o'tkazgandan so'ng bu reaksiya eritmadagi temirning umumiy miqdorini aniqlashda ishlatiladi. Bosqichli reaksiya natijasida $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ va $[\text{Fe}(\text{SCN})_2]^+$ dan $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ gacha bo'lgan komplekslar hosil bo'ladi. Komplekslarning qaysi biri hosil bo'lishi eritmaning konsentratsiyasi va pH qiymatiga bog'liq. Eritmada temir ioni mikrogramm atrofida bo'lsa, asosan qatorning birinchi komplekslari hosil bo'ladi. Rodanidga boyroq bo'lgan komplekslarning rangi ham to'qroq (intensiv) bo'ladi. Rodanid yordamida suvli eritmalaridagi temirning miqdorini aniqlash uchun tekshirilayotgan va taqqoslanayotgan eritmalaridagi ammoniy rodanidning konsentratsiyasi bir xil bo'lishi kerak. Temir (III) ion gidrolizlanmasligi uchun eritmaning kislotaliligi yetarli darajada bo'lishi shart. Eritmaning pH qiymati 2–3 bo'lganda reaksiya boshlanadi. Ammo eritma juda kislotali ham bo'lmasligi kerak, chunki bunday muhit eritmadagi SCN^- ion konsentratsiyasining kamayishiga olib keladi. Temirning rodanid bilan hosil qilgan

komplekslari eritmada SCN⁻ ionining konsentratsiyasi yuqori bo'lgan hollardagina mavjud bo'ladi. Eritmada nitrat, xlorid yoki sulfat kislotalardan birining konsentratsiyasi 0,05-0,2 N atrofida bo'lganda, barqaror kompleks hosil bo'ladi. Bu muhit eng optimal hisoblanadi. Kompleksning nur yutish xususiyati katta bo'lib, $\epsilon = 0,85 \cdot 10^4$ ga teng.

Rodanid komplekslari bo'lgan temirning suvli eritmaları rangi vaqt o'tishi bilan o'zgaradi. Eritma tayyorlanganidan 30 daqiqa o'tgandan keyin, rangning intensivligi bir necha foizga, 6 soatdan keyin esa yarmisigacha kamayadi. Eritmalar rangining vaqt o'tishi bilan o'zgarishi ularni tez vaqt ichida tekshirishni taqozo qiladi.

Ishni bajarish tartibi. Temir tuzining eritmasini tayyorlash uchun tortib olingan 3,2 g ammoniy temir (III) sulfat achchiqtoshi $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ namunasi 200 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, distillangan suvda eritiladi va 5 ml konsentrlangan sulfat kislota (zichligi $1,84 \text{ g/sm}^3$) qo'shiladi. Distillangan suv bilan eritmaning hajmi kolbaning belgisigacha yetkazilganda, tayyorlangan eritmaning konsentratsiyasi 0,1 N $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$ ga teng bo'ladi. Ammoniy rodanid eritmasini tayyorlash uchun o'lchab olingan 1,52 g NH_4SCN 200 ml hajmli o'lchov kolbasida eritilib, undan so'ng kolba belgisiga qadar distillangan suv bilan to'ldiriladi. Bunda tayyorlangan eritmadagi ammoniy rodanidning konsentratsiyasi 0,1 N bo'ladi.

Yorug'lik filtrini tanlash. Kolorimetrlarda zaruriy to'lqin uzunligiga ega bo'lgan nurni tanlash uchun turli yorug'lik filtrlari va har xil qalinlikka ega bo'lgan kyuvetalar mavjud. Ularni muvofiqlashtirib, to'g'ri tanlash orqali analizning optimal sharoiti tanlanadi. Shunda konsentratsiyani o'lchashdagi xato eng kichik bo'ladi. Yorug'lik filtrini tanlashda kyuvetaga tekshiriladigan eritmadan quyilib, uning optik zichligi hamma yorug'lik filtrlari ishlatilgan holda ketma-ket o'lchanadi. So'ngra olingan ma'lumotlar asosida optik zichlikning (A) to'lqin uzunligiga (l) bog'liqlik chizmasi tuziladi. Bunda koordinata sistemasining abssissa o'qiga yorug'likning to'lqin uzunligi (λ) (2.6-jadval), ordinata o'qiga esa ularga mos keluvchi optik zichliklar (A) qiymatlari qo'yiladi. Chizmaning optik zichligi eng katta bo'lgan to'lqin uzunligi qiymati topiladi. Shu to'lqin uzunligiga ega bo'lgan yorug'lik filtri tanlab olinadi. Agar yuqoridagi shartlar bir nechta yorug'lik filtrlari uchun bajarilsa, ularning orasidan sezgirligi eng kattasi tanlanadi.

Kyuveta tanlash. Kolorimetrning texnik ma'lumotlarida berilishi bo'yicha o'tkazish koeffitsientini o'lchashda yo'l qo'yiladigan absolyut xato 1% dan oshmasligi kerak. Kolorimetr shkalasining turli qismlarida ishlaganda eritmaning konsentratsiyasini aniqlashdagi nisbiy xato har xil bo'ladi. Optik zichlikning qiymati 0,4 bo'lganda, bu xato minimal bo'ladi. Shuning uchun kolorimetrda ishlaganda, tegishli kyuvetani tanlash bilan optik zichlikning yuqorida aytilgan qismiga yaqin joylarida ishlash tavsiya qilinadi. Dastlab kyuveta eritma rangining intensivligini hisobga olib, chamalash orqali tanlanadi. Agar eritmaning rangi intensiv (to'q) bo'lsa, yorug'lik yo'lining uzunligi kam bo'lgan kyuvetalar, eritmaning rangi och bo'lgan hollarda esa qalin kyuvetalar qo'llash maqsadga muvofiqdir. Shunday yo'l bilan tanlangan kyuvetaga eritma quyiladi va shu eritma uchun tanlangan yorug'lik filtri yordamida uning optik zichligi o'lchanadi. Bir nechta eritmaning optik zichligi o'lchanayotgan bo'lsa, konsentratsiyasi o'rtacha bo'lgan eritma kyuvetaga quyiladi. Agar o'lchangan optik zichlikning qiymati $= 0,3—0,5$ orasida bo'lsa, bu eritmalar bilan ishlashda aynan shu kyuveta tanlanadi. Bu shart bajarilmasa, boshqa kyuveta tanlashga to'g'ri keladi. Optik zichlikning qiymati $0,5—0,6$ dan katta bo'lsa, yorug'lik yo'lining uzunligi kam bo'lgan kyuveta, optik zichlik $0,3—0,2$ dan kam bo'lgan hollarda esa qalinligi katta bo'lgan kyuveta tanlanadi.

Darajalash chizmasini tuzish uchun standart eritmalar tayyorlanadi. 50 ml hajmli 5 ta o'lchov kolbasiga titri 0,1 mg/ml bo'lgan ammoniy-temir (III) achchiqtoshi eritmasidan darajalangan pipetka yordamida mos ravishda 0,3; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 ml quyiladi. Har bir kolbaga 1 ml dan suyultirilgan HNO_3 eritmasi va 5 ml dan 10% li NH_4SCN eritmasi quyiladi. So'ngra kolbaning belgisigacha distillangan suv to'ldiradi. Kolbalardagi eritmalar yaxshilab aralashtiriladi, shundan keyin tanlangan yorug'lik filtri va tegishli kyuvetada eritmalarining optik zichliklari navbat bilan o'lchanadi. O'lchash natijalari asosida optik zichlikning eritmalar konsentratsiyalariga bog'liqlik chizmasi tuziladi. Buning uchun koordinata sistemasining absissa o'qiga standart eritmalarining konsentratsiyalari, ordinata o'qiga esa ularga tegishli optik zichliklar qo'yiladi.

Eritmada erigan moddaning konsentratsiyasini aniqlash. Standart eritmalar o'lchangan kyuvetaga konsentratsiyasi noma'lum eritma

quyiladi va tanlangan yorug'lik filtri yordamida uning optik zichligi o'lchanadi. Optik zichlikning bu qiymati darajalash chizmasi tuzilgan koordinata sistemasining A o'qiga qo'yiladi. Shu nuqtadan darajalash chizmasi bilan kesishguncha c o'qiga parallel chiziq tortiladi. Bu chiziq bilan darajalash chizmasi kesishgan nuqtadan c o'qiga perpendikulyar tushiriladi. Konsentratsiya o'qining shu chiziq kesgan nuqtasidagi qiymati eritmaning konsentratsiyasiga teng bo'ladi.

Sulfosalitsil kislota yordamida temir (III) ni aniqlash. Temir (III) ioni elektronlar bilan to'liq to'lmaganligi uchun xromofor xossasiga ega. Shuning uchun uni aniqlashda sulfosalitsil kislota kabi rangsiz reagentlardan ham foydalanish mumkin. Temir (III) ning sulfosalitsilat bilan hosil qilgan kompleksi rangli bo'lib, rang ligandning orbitalida lokallangan elektronning metall atomidagi bo'sh orbitalga o'tishi hisobiga paydo bo'ladi. Eritmaning kislotaliligiga qarab temir (III) sulfosalitsil kislota (2—gidroksi-5—sulfobenzoy) bilan tarkibi har xil bo'lgan komplekslar hosil qiladi. Eritmaning pH qiymati 1,8 dan 2,5 gacha bo'lsa, qizil-binafsha rangli ($\lambda_{\max}=510$ nm va $\epsilon=1800$) monosulfosalitsilat, pH=4,0-8,0 bo'lganda disulfosalitsilat va pH=8,0—11,5 bo'lganda sariq rangli ($\lambda_{\max}=416$ nm va $\epsilon=5800$) trisulfosalitsilatli komplekslar hosil bo'ladi. Kislotali muhitda mis va aluminiyning sulfosalitsilatli komplekslari temir (III) nikiga qaraganda beqarorroqdir. Shu bois bu ionlar temirni aniqlashga xalaqit bermaydi. Temirning trisulfosalitsilatli kompleksi yetarli darajada barqaror bo'lganligi uchun eritmada atsetat, borat, fosfat va ftorid ionlari bo'lgan vaqtda ham temirni aniqlash mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Asosiy standart eritma tayyorlash uchun kimyoviy toza $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ temir achchiqtoshidan tarozida 0,5190 g tortib olib, u hajmi 100 ml bo'lgan kolbaga solinadi. Eritmani nordonlashtirish uchun kolbaga 10 ml suyultirilgan (1:1) sulfat kislota va belgisigacha distillangan suv quyiladi. Bunda standart eritmaning konsentratsiyasi 0,06 mg/ml bo'ladi. So'ngra sulfosalitsil kislota va ammiakning 10% li eritmaları tayyorlanadi. Keyin beshta standart ishchi eritma quyidagicha tayyorlanadi: beshta 100 ml hajmli kolbaga asosiy standart eritmadan 1, 2, 3, 4 va 5 ml o'lchab quyiladi. Har bir kolbaga sulfosalitsil kislota va ammiak eritmalaridan ham 10 ml dan qo'shiladi. Kolbalarga belgisigacha distillangan suv quyilib, eritmalar yaxshilab aralashtiriladi. Standart eritmalarining erituvchiga nisbatan optik zichliklari $\lambda=416$ nm to'lqin uzunligida besh martadan o'lchanadi. Ishlatiladigan erituvchini tayyorlashda

100 ml hajmli kolbaga 10 ml sulfosalitsil kislota, 10 ml ammiak eritmalari quyiladi va kolba belgisigacha distillangan suv bilan to'ldiriladi. O'lchash natijalarining o'rtachasi topilib, eritmaning optik zichligi va konsentratsiyasi orasidagi bog'lanishni ifodalovchi darajalash chizmasi tuziladi.

Tarkibida 0,1 dan 0,6 mg gacha temir bo'lgan namuna 100 ml sig'imli kolbaga o'tkaziladi. Unga 10 % sulfosalitsil kislota va ammiak eritmalaridan 10 ml dan quyiladi, hamda distillangan suv qo'shib eritma sathi kolbaning belgisiga qadar yetkaziladi. Shundan so'ng tekshiriladigan eritmaning optik zichligi o'lchanadi va uning konsentratsiyasi topiladi. Olingan natijalar yordamida namunadagi temirning umumiy miqdori hisoblanadi.

6.6. Pikrin kislota aniqlash

Pikrin kislota fotometrik usul bilan aniqlash ishqoriy muhitda pikrat ionini glyukoza bilan qaytarishga asoslangan. Qaytarish reaksiyasi natijasida qizil-sariq rangli pikramin kislota natriyli tuzi hosil bo'ladi.

Pikrin kislota sariq rangi ($\lambda = 360 \text{ m}$) qo'shbog'larning yopiq sistemasidagi p-elektronlar bulutining uchta elektron akseptor ($-\text{NO}_2$) va elektron donori ($-\text{OH}$) bo'lgan o'rinbosarning birgalikdagi ta'siri natijasida siljishi hisobiga hosil bo'ladi. Molekuladagi bitta elektron akseptorini elektron donoriga ($-\text{NH}_2$) almashtirish eritma rangining quyurlashuviga, elektron yutilish yo'lagining betaxrom siljishiga olib keladi. Elektron donori bo'lgan o'rinbosarning ishqoriy muhitda ionlanishi natijasida eritma rangining intensivligi ortadi. Natriy pikraminat uchun $\lambda = 455 \text{ nm}$ da $\epsilon = 8,5 \cdot 10^3$ ga teng.

Ishni bajarish tartibi. 100 ml hajmli kolbaga analiz uchun toza bo'lgan 0,01 mg/ml konsentratsiyali pikrin kislota suvli ishchi eritmasi tayyorlanadi. So'ngra 1 % li glukoza, 10 % li o'yuvchi natriy eritmalari tayyorlanadi.

10 ml eritmada 0,02, 0,04, 0,06, 0,08 va 0,1 mg pikrin kislota bo'lgan beshta standart eritma tayyorlanadi. Buning uchun 50 ml hajmli 5 ta o'lchov kolbasiga ishchi eritmada 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 va 10 ml dan quyiladi. Kolbalardagi eritmalar hajmi distillangan suv bilan 10 ml ga yetkaziladi. Har bir kolbadagi eritmaga 3 tomchidan o'yuvchi natriy eritmasi tomizilib, ustiga 0,5 ml glyukoza eritmasi qo'shiladi.

Taqqoslash eritmasini tayyorlash uchun 50 ml hajmli kolbaga 10 ml distillangan suv quyib, o'yuvchi natriy eritmasidan 3 tomchi tomiziladi va glyukoza eritmasidan 0,5 ml qo'shiladi.

Standart eritmalar bo'lgan kolbalar 5 daqiqa davomida qaynayotgan suv bug'ida qizdiriladi. Eritmalar sovigandan keyin ularning optik zichliklari o'lchanadi.

Konsentratsiyasi o'rtacha bo'lgan standart eritmalaridan birining elektron yutilish spektri o'lchanadi. Spektr yo'lagining maksimal optik zichlikka to'g'ri keluvchi to'lqin uzunligi (λ_{max}) topiladi. Topilgan λ_{max} bilan standart eritmalarining optik zichliklari uch martadan o'lchanadi.

Eritmalarining optik zichliklari bilan konsentratsiyalari orasidagi bog'lanishni ifodalovchi darajalash chizmasi tuziladi.

Tarkibida pikrin kislota bo'lgan eritma 10 ml hajmli kolbaga quyiladi va kolba belgisiga qadar distillangan suv bilan to'ldiriladi. Eritmani 50 ml sig'imli kolbaga solib, ustiga o'yuvchi natriy eritmasidan 3 tomchi va glyukoza eritmasidan 0,5 ml tomiziladi. Kolbani qaynayotgan suv bug'ida 5 daqiqa qizdirib, eritma sovitiladi, keyin uning optik zichligi 5 marta o'lchanadi va o'rtacha qiymat topiladi.

Darajalash chizmasi orqali eritmadagi pikrin kislotaning konsentratsiyasi va miqdori aniqlanadi.

6.7. Lantanni arsenazo III yordamida aniqlash

Lantanni fotometrik aniqlash arsenazo III reagentining lantan ioni bilan rangli kompleks birikma hosil qilishiga asoslangan. Lantan ioni xromofor xossasiga ega bo'lmaganligi uchun uning yorug'lik yutadigan shakli hosil qilinadi. Buning uchun rangli reagent – arsenazo III ishlatiladi. Arsenazo III o-oksi-o-arsenazo gruppasi hisobiga kompleks hosil qiladi. Arsenazo III eritmasidagi muvozanat eritmaning pH qiymatiga bog'liq. Molekulaning naftalin qismiga kiruvchi oksi gruppalaridan biri ishqoriy muhitda ionlanib, arsenazo III ni ko'k rangga bo'yaydi. Azogruppa proton biriktirib oladigan konsentirlangan sulfat kislotada esa yashil bo'ladi. Kislotali eritmalarida, asosan, sulfogruppalar, pH yuqori bo'lganda esa arseno gruppalar qisman dissotsilanadi. Bu jarayonlar reagentning qizil-binafsha rangini o'zgartira olmaydi.

Arsenazo III kislotaligi past bo'lgan eritmalarda azoid-xinongidrazon shakllari orasida kechayotgan tautomer muvozanat holatida bo'lib, unda muvozanat azoid shakliga qarab ancha siljigan bo'ladi.

Lantan ioni bilan arsenazo III kompleks hosil qilganda, kompleksning spektrida erkin reagentning spektrida bo'lmagan yangi yutilish yo'lagi hosil bo'ladi. Xelatning rangi reagentning oksigruppa bo'yicha to'liq ionlashgan va ionlashmagan shakllari ranglarining oraliqida bo'ladi. Rang eritmaning pH qiymati, harorati hamda erituvchining tabiatiga bog'liq. Arsenazo III molekulasining bitta funksional gruppasi uning lantan ioniga nisbatan reaksiya xususiyatini ta'minlasa, boshqa qismi (SO_3H) reaksiya jarayoniga ta'sir ko'rsatmagan holda, reagent va kompleksning suvda eruvchanligini ta'minlaydi. Eritmadagi lantan ionining holati analitik reaksiya sodir bo'lishiga katta ta'sir ko'rsatadi. Arsenazo III bilan lantanning gidratlangan ioni $[\text{La}(\text{H}_2\text{O})_9]^{3+}$ reaksiyaga kirishadi. O'xshashliklar asosida qilingan taxminga ko'ra, bu reaksiya eritmaning lantan ionining gidrolizi boshlanadigan pH qiymatida ($\text{pH}=3$) boshlanadi. Eritma kislotaligi o'zgacha bo'lganda boshqa elementlarning ionlari reagent bilan reaksiyaga kirishadi. Shuning uchun eritmaning pH qiymatini o'zgartirib, arsenazo III ning reaksiyalarini ma'lum darajada tanlab, boshqarish mumkin. Masalan, arsenazo III ishqoriy muhitda kalsiy ioni bilan reaksiyaga kirishadi. Kislotali muhitda esa bu reaksiya amalga oshmaganligi uchun kalsiy ishtirokida lantanni aniqlash mumkin. Arsenazo III ning selektivligi yuqori emas. Shuning uchun ham lantanni arsenazo III yordamida aniqlashga nodir elementlar, toriy, uran, vismut, mis, temir, bariy, skandiy singari ionlar xalaqit beradi. Ajratishni yaxshilash uchun EDTA, tartrat, oksalat, ftorid singari niqoblovchi reagentlardan foydalanish mumkin. Yorug'lik yutuvchi birikma rangining $\epsilon=4.5 \cdot 10^4$ va $\lambda=660 \text{ nm}$ yorug'lik sohasida yuqori darajada intensiv bo'lishi elementlarning juda kam miqdorlarini aniqlashga ham imkon beradi.

Ishni bajarish tartibi. 10 ml hajmli kolbada «kimyoviy toza» lantan nitratning konsentratsiyasi 100 mg/ml li birlamchi suvli eritmasi tayyorlanadi. Birlamchi eritmadan 5 ml olinib, u 50 ml hajmli kolbaga o'tkaziladi va kolbaning belgisigacha distillangan suv quyiladi. Bunday ishchi eritmaning konsentratsiyasi 10 mg/ml bo'ladi. 100 ml hajmli kolbada «analiz uchun toza» markali

arsenazo III ning 0.015% suvli eritmasi tayyorlanadi. 50 ml hajmli kolbada «analiz uchun toza» xlorid kislotaning konsentratsiyasi 0,08 M bo'lgan eritmasi tayyorlanadi. 50 ml hajmli 5 ta kolbada aniqlanayotgan elementning miqdori 10, 20, 30, 40 va 50 mkg bo'lgan standart eritmalar tayyorlanadi. Buning uchun kolbalarga ishchi eritmadan 1, 2, 3, 4 va 5 ml quyib, har biriga 12 ml 0,015 % li arsenazo III va 2,0 ml 0,08 M xlorid kislota eritmasidan qo'shiladi. Kolbalar belgisigacha distillangan suv bilan to'ldiriladi.

50 ml hajmli kolbaga birlamchi eritmadan 4 ml, 12 ml 0.015 % li arsenazo III va 2,0 ml 0,08 M xlorid kislota eritmalaridan qo'shib, kolbaning belgisigacha distillangan suv quyiladi. Bu eritmada 400 mkg lantan bo'ladi. Shundan so'ng taqqoslash eritmasi tayyorlanadi. Bu eritmaga aniqlanuvchi element – lantandan tashqari hamma tarkibiy qismlar qo'shiladi.

Spektrning 500-700 nm oralig'ida taqqoslash eritmasining distillangan suvga va 400 mkg lantan eritmasining taqqoslash eritmasiga nisbatan elektron yutilish spektrlari olinadi. Olingan spektrlardagi reagent va kompleksga tegishli yutilish yo'laklari solishtirilib, o'lchashning to'liq uzunligi sohasi tanlanadi. So'ngra darajalash chizmasi tuziladi. Tanlangan to'liq uzunligida taqqoslash eritmasiga nisbatan standart eritmalarining optik zichliklari uch martadan o'lchanadi. Optik zichliklarning o'rtacha qiymatlari bilan konsentratsiya orasidagi bog'lanishni ifodalovchi darajalash chizmasi tuziladi.

Eritmadagi lantanning miqdorini aniqlash. Tarkibida lantan bo'lgan eritmaga 0,015 % konsentratsiyali 12 ml arsenazo III eritmasi, 2,0 ml xlorid kislota eritmasi quyiladi va distillangan suv bilan eritmaning hajmi 50 ml ga yetkaziladi. Taqqoslash eritmasiga nisbatan namunaning optik zichligi besh marta o'lchanib, darajalash chizmasidan foydalanib, eritmaning konsentratsiyasi va lantanning namunadagi miqdori topiladi.

Arsenazo III kislotaligi past bo'lgan eritmalarda azoid-xinongidrazon shakllari orasida kechayotgan tautomer muvozanat holatida bo'lib, unda muvozanat azoid shakliga qarab ancha siljigan bo'ladi.

Lantan ioni bilan arsenazo III kompleks hosil qilganda, kompleksning spektrida erkin reagentning spektrida bo'lmagan yangi yutilish yo'lagi hosil bo'ladi. Xelatning rangi reagentning oksigruppa bo'yicha to'liq ionlashgan va ionlashmagan shakllari ranglarining oralig'ida bo'ladi. Rang eritmaning pH qiymati, harorati hamda erituvchining tabiatiga bog'liq. Arsenazo III molekulasining bitta funksional gruppasi uning lantan ioniga nisbatan reaksiyon xususiyatini ta'minlasa, boshqa qismi (SO_3H) reaksiya jarayoniga ta'sir ko'rsatmagan holda, reagent va kompleksning suvda eruvchanligini ta'minlaydi. Eritmadagi lantan ionining holati analitik reaksiya sodir bo'lishiga katta ta'sir ko'rsatadi. Arsenazo III bilan lantanning gidratlangan ioni $[\text{La}(\text{H}_2\text{O})_9]^{3+}$ reaksiyaga kirishadi. O'xshashliklar asosida qilingan taxminga ko'ra, bu reaksiya eritmaning lantan ionining gidrolizi boshlanadigan pH qiymatida ($\text{pH}=3$) boshlanadi. Eritma kislotaligi o'zgacha bo'lganda boshqa elementlarning ionlari reagent bilan reaksiyaga kirishadi. Shuning uchun eritmaning pH qiymatini o'zgartirib, arsenazo III ning reaksiyalarini ma'lum darajada tanlab, boshqarish mumkin. Masalan, arsenazo III ishqoriy muhitda kalsiy ioni bilan reaksiyaga kirishadi. Kislotali muhitda esa bu reaksiya amalga oshmaganligi uchun kalsiy ishtirokida lantanni aniqlash mumkin. Arsenazo III ning selektivligi yuqori emas. Shuning uchun ham lantanni arsenazo III yordamida aniqlashga nodir elementlar, toriy, uran, vismut, mis, temir, bariy, skandiy singari ionlar xalaqit beradi. Ajratishni yaxshilash uchun EDTA, tartrat, oksalat, ftorid singari niqoblovchi reagentlardan foydalanish mumkin. Yorug'lik yutuvchi birikma rangining $\epsilon=4.5 \cdot 10^4$ va $\lambda=660 \text{ nm}$ yorug'lik sohasida yuqori darajada intensiv bo'lishi elementlarning juda kam miqdorlarini aniqlashga ham imkon beradi.

Ishni bajarish tartibi. 10 ml hajmli kolbada «kimyoviy toza» lantan nitratning konsentratsiyasi 100 mg/ml li birlamchi suvli eritmasi tayyorlanadi. Birlamchi eritmadan 5 ml olinib, u 50 ml hajmli kolbaga o'tkaziladi va kolbaning belgisigacha distillangan suv quyiladi. Bunday ishchi eritmaning konsentratsiyasi 10 mg/ml bo'ladi. 100 ml hajmli kolbada «analiz uchun toza» markali

arsenazo III ning 0.015% suvli eritmasi tayyorlanadi. 50 ml hajmli kolbada «analiz uchun toza» xlorid kislotaning konsentratsiyasi 0,08 M bo'lgan eritmasi tayyorlanadi. 50 ml hajmli 5 ta kolbada aniqlanayotgan elementning miqdori 10, 20, 30, 40 va 50 mkg bo'lgan standart eritmalar tayyorlanadi. Buning uchun kolbalarga ishchi eritmadan 1, 2, 3, 4 va 5 ml quyib, har biriga 12 ml 0,015 % li arsenazo III va 2,0 ml 0,08 M xlorid kislota eritmasidan qo'shiladi. Kolbalar belgisigacha distillangan suv bilan to'ldiriladi.

50 ml hajmli kolbaga birlamchi eritmadan 4 ml, 12 ml 0.015 % li arsenazo III va 2,0 ml 0,08 M xlorid kislota eritmalaridan qo'shib, kolbaning belgisigacha distillangan suv quyiladi. Bu eritmada 400 mkg lantan bo'ladi. Shundan so'ng taqqoslash eritmasi tayyorlanadi. Bu eritmaga aniqlanuvchi element – lantandan tashqari hamma tarkibiy qismlar qo'shiladi.

Spektrning 500-700 nm oralig'ida taqqoslash eritmasining distillangan suvga va 400 mkg lantan eritmasining taqqoslash eritmasiga nisbatan elektron yutilish spektrlari olinadi. Olingan spektrlardagi reagent va kompleksga tegishli yutilish yo'laklari solishtirilib, o'lchashning to'liq uzunligi sohasi tanlanadi. So'ngra darajalash chizmasi tuziladi. Tanlangan to'liq uzunligida taqqoslash eritmasiga nisbatan standart eritmalarining optik zichliklari uch martadan o'lchanadi. Optik zichliklarning o'rtacha qiymatlari bilan konsentratsiya orasidagi bog'lanishni ifodalovchi darajalash chizmasi tuziladi.

Eritmadagi lantanning miqdorini aniqlash. Tarkibida lantan bo'lgan eritmaga 0,015 % konsentratsiyali 12 ml arsenazo III eritmasi, 2,0 ml xlorid kislota eritmasi quyiladi va distillangan suv bilan eritmaning hajmi 50 ml ga yetkaziladi. Taqqoslash eritmasiga nisbatan namunaning optik zichligi besh marta o'lchanib, darajalash chizmasidan foydalanib, eritmaning konsentratsiyasi va lantanning namunadagi miqdori topiladi.

VII BOB

7. REFRAKTOMETRIYA

Modda zichligining o'zgarishi doimo uning sindirish ko'rsatkichining o'zgarishiga olib keladi. Odatda zichlikning ortishi bilan sindirish ko'rsatkichi ham ko'payadi. Modda zichligi va uning sindirish ko'rsatkichi orasidagi bog'lanishni nazariy o'rganish va tajriba natijalarini tahlil qilish sindirish ko'rsatkichining funksiyasi $f(n)$ zichlik ρ ga mutanosib ekanligini ko'rsatadi:

$$f(n) = r\rho \quad (7.1)$$

Ayni modda uchun xarakterli bo'lgan doimiy koeffitsient r ga solishtirma refraksiya deyiladi. Molekular refraksiya (R) deb esa, solishtirma refraksiyaning molekular massaga (M) ko'paytmasiga aytiladi:

$$R = rM \quad (7.2)$$

Molekular refraksiyani hisoblashda ko'p hollarda Lorents — Lorens formulasi ishlatiladi:

$$R = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{M}{\rho} \quad (7.3)$$

Bu yerda, n — moddaning sindirish ko'rsatkichi, ρ — uning nisbiy zichligi.

Molekulyar refraksiya moddaning harorati, bosimi va agregat holatiga bog'liq emas. Lekin tahliliy kimyo uchun muhim bo'lgan additivlik xususiyatiga ega bo'lib, murakkab moddalar uchun tashkil etgan atomlarning refraksiyalari yig'indisiga teng:

$$R_{DF} = R_D + R_F \quad (7.4)$$

Bu yerda, R_{DF} — ikki atomli (D va F) molekulaning molekular refraksiyasi, R_D va R_F — mos ravishda D va F atomlarning refraksiyalari.

Aralashmaning molekular refraksiyasi uni tashkil etgan tarkibiy qismlar molekular refraksiyalarining yig'indisiga teng. Masalan, tarkibi ikki moddali eritmaning molekular refraksiyasi:

$$R_x = c_A R_A + c_B R_B \quad (7.5)$$

Bu yerda, R_A va R_B — eritma tarkibiy qismlarining molekular refraksiyalari, c_A va c_B — A va B moddalarning eritmadagi ulushlari (konsentratsiyalari). Agar erigan moddalarning qutblanuvchanligi

o'zgarmsa, eritmaning refraksiyasi additivlik xususiyatini saqlaydi, (7.3) dan foydalanib (7.5) ni quyidagicha yozamiz:

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{M}{\rho} = c_A \frac{n_A^2 - 1}{n_A^2 + 2} \frac{M_A}{\rho_A} + c_B \frac{n_B^2 - 1}{n_B^2 + 2} \frac{M_B}{\rho_B} \quad (7.6)$$

Bu yerda, n , M va ρ – mos ravishda eritmaning sindirish ko'rsatkichi, molekular massasi va eritmaning nisbiy zichligi, n_A , M_A va ρ_A – mos ravishda erigan moddaning sindirish ko'rsatkichi, molekular massasi va nisbiy zichligi, n_B , M_B va ρ_B – mos ravishda erituvchining sindirish ko'rsatkichi, molekular massasi va nisbiy zichligi. Erigan moddaning molekular refraksiyasini topishda (7.6) formula biroz o'zgartirib yoziladi:

$$\frac{\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{M}{\rho} - c_B \frac{n_B^2 - 1}{n_B^2 + 2} \frac{M_B}{\rho_B}}{c_A} = \frac{n_A^2 - 1}{n_A^2 + 2} \frac{M_A}{\rho_A} = R, \quad (7.7)$$

Bu tenglamaning chap tomonidagi qiymatlar tajriba natijalariga asoslanib hisoblanadi. Uning qiymati eritmaning turli konsentratsiyalarida o'zgarmsa bo'lib, erigan moddaning molekular refraksiyasiga teng.

20-yillarning boshiga kelib molekular refraksiya qiymati asosan kimyoviy bog'larni hosil qiluvchi valent elektronlarning soni va xossalari, boshqacha qilib aytganda, kimyoviy bog'larning tabiati bilan aniqlanishi ma'lum bo'ldi. Shu munosabat bilan ba'zi olimlar additiv sxemaning ko'rinishini (molekular refraksiyani) o'zgartirib, uni kimyoviy bog'lar refraksiyalarining yig'indisi shaklida ifodalashni taklif etishdi. Atomlar refraksiyalari bilan kimyoviy bog'lar refraksiyalari orasida juda oddiy algebraik munosabat bo'lib, u molekulaning struktura formulasidan kelib chiqadi. Masalan, metanning molekular refraksiyasi additiv sxemaga asosan atom refraksiyalarining yig'indisiga ($R_C + 4R_H$) yoki to'rtta C-H bog' refraksiyalarini yig'indisiga teng:

$$R_{CH_4} = R_C + 4R_H = 4R_{C-H}. \quad (7.8)$$

Bundan

$$R_{C-H} = R_H + \frac{1}{4} R_C \quad (7.9)$$

VII BOB

7. REFRAKTOMETRIYA

Modda zichligining o'zgarishi doimo uning sindirish ko'rsatkichining o'zgarishiga olib keladi. Odatda zichlikning ortishi bilan sindirish ko'rsatkichi ham ko'payadi. Modda zichligi va uning sindirish ko'rsatkichi orasidagi bog'lanishni nazariy o'rganish va tajriba natijalarini tahlil qilish sindirish ko'rsatkichining funksiyasi $f(n)$ zichlik ρ ga mutanosib ekanligini ko'rsatadi:

$$f(n) = r\rho \quad (7.1)$$

Ayni modda uchun xarakterli bo'lgan doimiy koeffitsient r ga solishtirma refraksiya deyiladi. Molekular refraksiya (R) deb esa, solishtirma refraksiyaning molekular massaga (M) ko'paytmasiga aytiladi:

$$R = rM \quad (7.2)$$

Molekular refraksiyani hisoblashda ko'p hollarda Lorents — Lorens formulasi ishlatiladi:

$$\bar{R} = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{M}{\rho} \quad (7.3)$$

Bu yerda, n — moddaning sindirish ko'rsatkichi, ρ — uning nisbiy zichligi.

Molekulyar refraksiya moddaning harorati, bosimi va agregat holatiga bog'liq emas. Lekin tahliliy kimyo uchun muhim bo'lgan additivlik xususiyatiga ega bo'lib, murakkab moddalar uchun tashkil etgan atomlarning refraksiyalari yig'indisiga teng:

$$R_{DF} = R_D + R_F \quad (7.4)$$

Bu yerda, R_{DF} — ikki atomli (D va F) molekulaning molekular refraksiyasi, R_D va R_F — mos ravishda D va F atomlarning refraksiyalari.

Aralashmaning molekular refraksiyasi uni tashkil etgan tarkibiy qismlar molekular refraksiyalarining yig'indisiga teng. Masalan, tarkibi ikki moddali eritmaning molekular refraksiyasi:

$$R_e = c_A R_A + c_B R_B \quad (7.5)$$

Bu yerda, R_A va R_B — eritma tarkibiy qismlarining molekular refraksiyalari, c_A va c_B — A va B moddalarning eritmadagi ulushlari (konsentratsiyalari). Agar erigan moddalarning qutblanuvchanligi

o'zgarmasa, eritmaning refraksiyasi additivlik xususiyatini saqlaydi, (7.3) dan foydalanib (7.5) ni quyidagicha yozamiz:

$$\frac{n^2-1}{n^2+2} \frac{M}{\rho} = c_A \frac{n_A^2-1}{n_A^2+2} \frac{M_A}{\rho_A} + c_B \frac{n_B^2-1}{n_B^2+2} \frac{M_B}{\rho_B} \quad (7.6)$$

Bu yerda, n , M va ρ – mos ravishda eritmaning sindirish ko'rsatkichi, molekular massasi va eritmaning nisbiy zichligi, n_A , M_A va ρ_A – mos ravishda erigan moddaning sindirish ko'rsatkichi, molekular massasi va nisbiy zichligi, n_B , M_B va ρ_B – mos ravishda erituvchining sindirish ko'rsatkichi, molekular massasi va nisbiy zichligi. Erigan moddaning molekular refraksiyasini topishda (7.6) formula biroz o'zgartirib yoziladi:

$$\frac{\frac{n^2-1}{n^2+2} \frac{M}{\rho} - c_B \frac{n_B^2-1}{n_B^2+2} \frac{M_B}{\rho_B}}{c_A} = \frac{n_A^2-1}{n_A^2+2} \frac{M_A}{\rho_A} = R_A \quad (7.7)$$

Bu tenglamaning chap tomonidagi qiymatlar tajriba natijalariga asoslanib hisoblanadi. Uning qiymati eritmaning turli konsentratsiyalarida o'zgarmas bo'lib, erigan moddaning molekular refraksiyasiga teng.

20-yillarning boshiga kelib molekular refraksiya qiymati asosan kimyoviy bog'larni hosil qiluvchi valent elektronlarning soni va xossalari, boshqacha qilib aytganda, kimyoviy bog'larning tabiati bilan aniqlanishi ma'lum bo'ldi. Shu munosabat bilan ba'zi olimlar additiv sxemaning ko'rinishini (molekular refraksiyani) o'zgartirib, uni kimyoviy bog'lar refraksiyalarining yig'indisi shaklida ifodalashni taklif etishdi. Atomlar refraksiyalari bilan kimyoviy bog'lar refraksiyalari orasida juda oddiy algebraik munosabat bo'lib, u molekulaning struktura formulasidan kelib chiqadi. Masalan, metanning molekular refraksiyasi additiv sxemaga asosan atom refraksiyalarining yig'indisiga ($R_C + 4R_H$) yoki to'rtta C-H bog' refraksiyalarini yig'indisiga teng:

$$R_{CH_4} = R_C + 4R_H = 4R_{C-H} \quad (7.8)$$

Bundan

$$R_{C-H} = R_H + \frac{1}{4} R_C \quad (7.9)$$

spektridagi sariq (D harfi bilan belgilangan) chiziq uchun $t=20$ °C da darajalanadi. Moddaning sindirish ko'rsatgichi unga tushayotgan yorug'lik to'lqin uzunligining funksiyasi bo'lgani uchun uning qiymati har xil bo'lishi mumkin. Olingan natijalarni taqqoslash mumkin bo'lishi uchun butun dunyoda sindirish ko'rsatgichi natriyning $\lambda=589,3$ nm dagi sariq nuriga nisbatan olingan qiymat ishlatiladi va u n_D yoki n tarzida belgilanadi.

IRF-454 refraktometri yordamida sindirish ko'rsatgichini o'lchashda istalgan yorug'lik (monoxromatik va monoxromatik bo'lmagan) manbasidan foydalanish mumkin. Monoxromatik bo'lmagan yorug'lik manbasidan foydalanganda, okularda ko'rinadigan ajralish chegarasi dispersiya tufayli rangli bo'ladi. Bu ranglilikni yo'qotish yoki kompensatsiya qilish uchun asbobning optik qismidagi o'lchash prizmasi bilan optik truba obyektivni orasiga sistemaning optik o'qi atrofida o'zaro qarama-qarshi yo'nalishda aylanadigan ikkita to'g'ri ko'rish prizmasidan (Amichi prizmasi) iborat bo'lgan kompensator o'rnatiladi. Asbobning o'ng tomonidagi dasta kompensator prizmalarining ajralish chegarasidagi ranglilikni butunlay yo'qotishga xizmat qiladi. Shu tariqa prizmalar o'zgaruvchan dispersiyali optikaviy sistema hosil qiladi.

Asbobning optik chizmasi 7.1-rasmda ko'rsatilgan. Manbaning yorug'ligi 3 yoritish prizmasiga tushadi va tekshirilayotgan suyuqlikning yupqa qatlamidan hamda 2 o'lchash prizmasidan o'tib 16 himoya shisha, 4 yassi ko'zgu va 6 kompensator orqali 7 obyektivga tushadi, keyin kesishgan chiziqli 8 plastinka va 9 okulardan o'tib kuzatuvchining ko'ziga tushadi. Sindirish ko'rsatgichining shkalasi 15 va ko'rish maydonini rangli qilib ko'rsatadigan yorug'lik filtri 14, 13 ko'zgu yordamida yoritiladi. (Bu ko'zgu asbobning chap yonida joylashgan va 7.3-rasmda 9 raqami bilan ko'rsatilgan). Shkaladan va yorug'lik filtridan o'tgan yorug'lik hisoblash qismining 12 obyektiviga tushadi, keyin 11 ko'zgu va 10 buruvchi prizma orqali o'tib ko'rish maydonining pastki qismiga shkalaning tasvirini tushiradi (7.4-rasm).

Shunday qilib, okularda yorug'lik soyasi, chiziqlarning kesishish nuqtasi va vizirli shkala bir vaqtda ko'rinadi. Hosil bo'ladigan yorug'lik soyasining chegarasi 2 o'lchash prizmasidan i_p chegaraviy r burchak ostida chiqayotgan nur bilan belgilanadi. Shkaladan

sindirish ko'rsatgichining 1,2 dan 1,7 gacha bo'lgan qiymatlari $1 \cdot 10^{-4}$ aniqlik bilan hisoblab topiladi. Sindirish ko'rsatgichining o'nli ulushlari chamalab topiladi, uni topishdagi aniqlik $2 \cdot 10^{-4}$ ga teng bo'ladi.



7.3-rasm. IRF-454 refraktometrining ko'rinishi: 1-okulyar;

2-shkalani to'g'rilaydigan vint qopqog'i; 3-kompensator prizmalarini huragich; 4-yorituvchi prizmalı bo'lim dastasi; 5-termometr; 6-shkalani siljitadigan huragich; 7-kompensatorning shkalasi; 8-yorituvchi prizmaning qopqog'i; 9-shkalani yorituvchi ko'zgu; 10-o'lchash prizmasining yorug'likni qaytaruvchi yassi ko'zgu o'rnatilgan qopqog'i; 11-yustirovka qilish uchun kalit; 12-yustirovka qilish uchun shaffof plastinka

Sindirish ko'rsatgichini o'lchash refraktometr yordamida quyidagicha bajariladi. O'lchash kunduz kuni o'tkazilganda IRF-454 ning yoritish prizmasi derazaga, kechqurunlari esa yoritgich stol lampasiga qaratib qo'yiladi. Refraktometrning chapidagi 9 ko'zguni (7.3-rasm) ochib, uning yordamida shkalaning tasviri ko'rish maydoniga tushiriladi, okularni aylantirib tasvir tiniqlashtiriladi (fokuslanadi). Agar yorug'lik manbasiga nisbatan refraktometr to'g'ri o'rnatilgan bo'lsa, shkalaning hamma tomoni bir tekis yoritiladi. Refraktometrning yoritish prizmasi 4 dasta yordamida ko'tariladi. Uni o'ngga aylantirib, shisha tayoqcha yordamida 2 o'lchov prizmasi ustiga tekshiriladigan suyuqlikdan 2-3 tomchi tomiziladi. Shisha tayoqcha bilan suyuqlikni tomizganda, uning uchi prizмага tegmasligi kerak, aks holda prizmaning silliqlangan tomoni ishdan chiqib, asbob yaroqsiz holga keladi. Shisha tayoqcha o'rniga plastmassadan tayyorlangan toza shpritsni ishlatish maqsadga

muvofig bo'ladi. So'ngra yoritish prizmasi o'z joyiga qo'yilib, sindirish ko'rsatkichi o'lchanadi. Bunda tekshirilayotgan suyuqlik yoritish va o'lchash prizmalarining oralig'idagi tor bo'shliqni to'ldirishi shart. Buni tekshirish uchun yoritish prizmasining 8 qopqog'i ko'tarilib, uning suyuqlikka tekkan xira tomoniga yorug'lik tushadigan tomondan qaraladi. Agar u bir xil kulrang bo'lib ko'rinsa, oraliq suyuqlikka to'lgan bo'ladi.

Asbobning o'ng tomonida joylashgan 6 dastani burab (7.2-rasm), ko'rish maydonida ravshan va xira maydonlar chegarasi paydo bo'lishiga erishiladi. Ajralish chegarasidagi ranglilik kompensator dastasi 3 ni burash orqali bartaraf qilinadi. Yana 6 ni burab ajralish chegarasi bilan okulardagi kesishgan chiziqlarning kesishish nuqtasini 7.4-rasmda ko'rsatilgandek, ustma-ust tushirishga erishiladi va sindirish ko'rsatgichining shkalasidan bu holatga mos keladigan qiymat to'rtinchi raqamgacha aniqlikda yozib olinadi.



7.4-rasm. IRF-454 refraktometri okulyarining ko'rish maydoni

To'g'rilash uch marta takrorlanadi. Olingan natijalar eng kichik kvadratlar usuli yordamida ishlab chiqiladi. So'ngra sindirish ko'rsatgichining eritma konsentratsiyasiga bog'liqlik chizmasi tuziladi. Konsentratsiyasi noma'lum bo'lgan eritmaning sindirish ko'rsatgichini o'lchab, chizma yordamida uning miqdori aniqlanadi. Har safar sindirish ko'rsatgichi aniqlangandan so'ng yoritish prizmasi chetga suriladi va o'lchash prizmasining shaffof tomoniga bir necha tomchi suv tomizib, prizma mayin filtr qog'ozi bilan ehtiyot qilib artiladi. Sindirish ko'rsatgichini aniq o'lchashda haroratni bir xil saqlash uchun prizmaning gardishida maxsus kamera bo'lib, bu kamera orqali termostatdan keladigan suv o'tkazib turiladi. Suv berish va uni chiqarib

yuborish kameraning to'rtta jo'mragiga kiydirilgan rezina naylar vositasida amalga oshiriladi. Suvning haroratini o'lchashda jo'mraklardan biriga maxsus termometr o'rnatiladi.

7.2. Sindirish ko'rsatkichi yordamida eritmaning konsentratsiyasini aniqlash

Ikki tarkibiy qismli sistemalar (eritmalar) uchun chizilgan sindirish ko'rsatkichi bilan aralashmaning tarkibi orasidagi bog'lanishni ifodalovchi chizmalar turli xil shaklga ega bo'lishi mumkin. Ularning shakli eritmadagi moddalarlarning tabiati va ular orasidagi o'zaro ta'sir hamda eritma tarkibini ifodalash usuliga bog'liq.

Eritmaning tarkibini ifodalash usuli chizmaning shakliga katta ta'sir ko'rsatadi. Ideal (hajmi va moddalarning qutblanuvchanligi o'zgarmaydigan) eritmalarida eritmaning konsentratsiyasi hajmning ulushlarida ifodalangan bo'lsa, sindirish ko'rsatkichining konsentratsiyaga bog'liqligini ifodalovchi egri chiziq to'g'ri chiziqqa yaqin bo'ladi.

$$n = n_1 + n_2 \quad (7.14)$$

$$\text{yoki} \quad n = n_1 + (n_1 - n_2)j_1 \quad (7.15)$$

Bu yerda, n , n_1 va n_2 – mos ravishda eritmaning va tegishli tarkibiy qismlarning sindirish ko'rsatkichlari, φ_1 va φ_2 – moddalarning eritmadagi hajmiy ulushlari. $\varphi_1 + \varphi_2 = \varphi$.

Kimyoviy birikma hosil qilmaydigan normal sistemalarda $n(\varphi)$ izoterma chiziqlarning egriligi asosan tarkibiy qismlar aralashtirilganda hajmning o'zgarishi bilan aniqlanadi. Bunday sistemalarning hajmi kamayganda, odatda additivlikdan musbat chetlanish, ko'payganda esa manfiy chetlanish kuzatiladi.

Doimiy hajmdagi gaz aralashmalari uchun sindirish ko'rsatkichining additivligi juda yuqori aniqlikda bajariladi (to $2 \cdot 10^{-4}$) va bu hol refraktometrik usullar bilan gazlarni analiz qilishda ishonchli asos bo'lib xizmat qiladi. Eritmalarda butun konsentratsiya oralig'ida n bilan φ orasidagi chiziqli bog'lanish yuqori aniqlikda kam kuzatiladi. Shuning uchun additivlik qoidasi normal eritmalarining va bir xil turdagi birikmalardan iborat eritmalarining konsentratsiyasini

aniqlashda ishlatiladi. Lekin cheklangan konsentratsiya (10–20 %) oralig'ida to'g'ri chiziqli bog'lanish saqlanadi. Xususan, suyultirilgan eritmaları refraktometrik analiz qilishda

$$n = n_0 + kc \quad (7.16)$$

formuladan keng foydalaniladi. Bu yerda, n – eritmaning, n_0 – erituvchining sindirish ko'rsatkichlari, c – eritmaning konsentratsiyasi, k – sindirish ko'rsatkichining inkrementi deb ataluvchi empirik koeffitsient.

Ishni bajarish tartibi. Sindirish ko'rsatgichi asosida konsentratsiyani topishda glitserinning distillangan suvdagi bir nechta standart eritmaları tayyorlanadi. Har bir eritmaning hajmi 10 ml bo'lishi kerak. Eritmalarning konsentratsiyalari quyidagi jadvalda ko'rsatilgan:

Glitserinning hajmi, ml	1	2	3	4	5	6	7	8
Glitserinning eritmadagi miqdori, %	10	20	30	40	50	60	70	80

Toza suvning va yaxshilab aralashtirilgan standart eritmaların sindirish ko'rsatkichi navbat bilan refraktometrda o'lchanadi. O'lchash natijalari eng kichik kvadratlar usuli yordamida ishlanib, darajalash chizmasi tuziladi. Konsentratsiyasi noma'lum bo'lgan glitserin eritmasining sindirish ko'rsatkichi o'lchanadi va darajalash chizmasi yordamida uning konsentratsiyasi aniqlanadi.

7.3. Organik moddalarning molekular refraksiyasini o'lchash

Organik moddalarning molekular refraksiyasini o'lchash orqali konsentratsiyasini aniqlash mumkin. Tadqiq qilinayotgan moddaning tarkibi va tuzilishi to'g'risidagi taxminning to'g'riligini uning molekular refraksiyasini aniqlash bilan tekshirib ko'rish mumkin. Molekular refraksiya qutblanuvchanlikka mutanosib bo'lib, additivlik xossasiga ega. Shuning uchun uni doimiy qo'shiluvchilarning yig'indisi sifatida hisoblash mumkin. Bu qo'shiluvchilar esa molekulaning tarkibiga kiruvchi atomlar, atom gruppaları, bog'lar yoki strukturaning alohida tomonlariga (qo'sh bog', halqa) tegishli bo'ladi va shunga mos ravishda ular atom, gruppа va bog' refraksiyasi hamda struktura inkrementi deb yuritiladi. Molekular refraksiyaning hisoblangan va tajribada topilgan

qiymatlari muayyan xato bilan moddaning formulasi va strukturasi aniqlash va to'g'riligiga ishonch hosil qilish imkonini beradi.

Ishni bajarish tartibi. Glitserinning konsentratsiyalari quyidagicha bo'lgan suvli eritmaları tayyorlanadi:

Glitserinning hajmi, ml	0,5	1,5	2,5	3,5	4,5
Distillangan suvning hajmi, ml	4,5	3,5	2,5	1,5	0,5
Glitserinning eritmadagi hajmiy ulushi (konsentratsiyasi), c	0,1	0,3	0,5	0,7	0,9
Suvning eritmadagi hajmiy ulushi, c _B	0,9	0,7	0,5	0,3	0,1

Har bir eritmaning va distillangan suvning sindirish ko'rsatkichi uch martadan o'lchanib, ularning o'rtachasi topiladi. Eritgan moddaning molekular refraksiyasini topish va (7.15) formulaning to'g'riligini tekshirish uchun har bir eritmaning o'rtacha molyar massasi M va nisbiy zichligi ρ quyidagi formulalar yordamida hisoblanadi.

$$M = c_A M_A + c_B M_B \quad (7.17)$$

$$\rho = c_A \rho_A + c_B \rho_B \quad (7.18)$$

Suvning molyar massasi $M_B = 18$ g/mol, zichligi $\rho_B = 1,0$ kg/l. Glitserinning molyar massasi $M_A = 92,1$ g/mol, zichligi $\rho_A = 1,26$ kg/l. Olingan natijalarni (7.15) formulaga qo'yib, har bir eritma uchun molekular refraksiya hisoblanadi. Glitserinning molekular refraksiyasi, molekulaning struktura formulasi va alohida kimyoviy bog'lanishlarning refraksiyalarini bilgan holda hisoblashlar amalga oshiriladi. Hisoblangan qiymatlar tajribada topilgan molekular refraksiya qiymati bilan solishtiriladi.

$$R_{glis} = 5R_{C-H} + 2R_{C-C} + 3R_{C-O} + 3R_{O-H} \quad (7.19)$$

Bu yerda, R_{C-H} , R_{C-C} , R_{C-O} va R_{O-H} lar mos ravishda -C-H, C-C, C-O va O-H bog'lanishlarning refraksiyalari.

Glitserinning kimyoviy bog'lari va ularning refraksiyalari

Kimyoviy bog'lanish	Kimyoviy bog'lanish refraksiya	Glitserinning sistruktura formulasi
C—H	1,67	HOSH ₂ -CH(OH)-CH ₂ OH
C—C	1,296	
C—O	1,54	
O—H	1,66	

VIII BOB

8. XROMATOGRAFIK ANALIZ USULLARI

Moddalarni ajratish va analiz qilishning xromatografik usulini rus olimi M.S.Svet asoslagan. M.S.Svet 1903-1904-yillarda o'simlik pigmentlarini ajratishda xromatografiyani qo'lladi. Keyinroq R.Kun, A.Vittershteyn va Ye.Dederer karotin xom ashyosidan α - va β -karotinlarni kristall shaklida ajratib olib, usulning moddalarni preparativ (toza holda) ajratishda ham katta ahamiyatga ega ekanligini ko'rsatishdi.

Hozirgi vaqtda xromatografiya usullari moddalarni ajratish, tozalash, sifatii va miqdoriy aniqlash kabi masalalarni hal etishda ishlatiladi. Moddalarni xromatografik ajratish yoki tozalash aralashmadagi moddalarning adsorbent yuzasida turlicha adsorbilanishi va erituvchilardagi eruvchanligining har xilligiga asoslangan.

Xromatografiya usullari ajratish mexanizmi bo'yicha adsorbsion, taqsimlanish, ion-almashinish, cho'ktirish va boshqa usullarga, ajratish texnikasi bo'yicha kolonkali, kapilyar va yuzaviy, fazalarning agregat holati bo'yicha gaz, suyuqlik va gaz-suyuqlik xromatografiyasi usullariga bo'linadi. Quyida ayrim xromatografik usullar texnikasi va ular bo'yicha bajariladigan laboratoriya ishlari namunalari keltirilgan.

8.1. Xromatografiya texnikasi

Adsorbent - turg'un faza bo'lib, u katta yuzaga ega bo'ladi. Erituvchi esa harakatchan faza bo'lib, turg'un faza (adsorbent) orqali sizib o'tadi. Xromatografik usulda moddalarni ajratish va analiz qilish erigan moddalarning ko'p fazali (ko'pincha ikki fazali) sistemalardan o'tganda adsorbent sirtiga turlicha yutilishiga asoslangan. Adsorbsion xromatografiya ajratilayotgan aralashmadagi tarkibiy qismlarning adsorbsiyalanish xossalariidagi farqlarga asoslangan. Ajratilayotgan aralashmadagi moddalar molekulari adsorbentning aktiv yuzasiga yutiladi. Ularning bog'lanish darajalari har xil bo'lganligi uchun moddalar har xil tezlikda harakatlanadi. Modda qanchalik yaxshi adsorbsiyalansa, uning adsorbent bo'ylab harakatlanish tezligi shuncha sekin bo'ladi va aksincha.

Adsorbsion xromatografiyada ishlatiladigan adsorbentlar erituvchi va aniqlanayotgan (ajratilayotgan) moddalar bilan kimyoviy ta'sirlashmasligi, erituvchi va aniqlanayotgan (ajratilayotgan) moddalarga katalitik ta'sir ko'rsatmasligi va aniq disperslik darajasiga va ma'lum standartga ega bo'lishlari kerak. Adsorbent sifatida aluminiy oksidi, silikagel, poliamid (kapron), sellyuloza, kalsiy gidroksid, magniy oksid, gips va boshqalar ishlatiladi. Moddalarning adsorbsion xususiyati ularning eruvchanligi va tarkibidagi funksional gruppalarining xususiyatlari bilan belgilanadi.

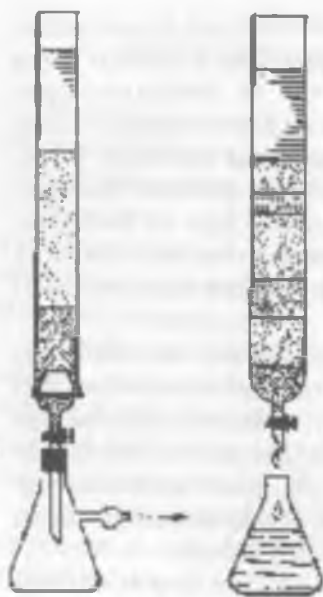
Taqsimlanish xromatografiyasi ajratilayotgan aralashmadagi tarkibiy qismlarning bir-biri bilan o'zaro aralashmaydigan ikki suyuqlik o'rtasidagi taqsimlanish koeffitsientlarining turlichaligiga asoslangan. Bunda suyuqliklardan biri adsorbentga adsorbsiyalangan bo'lib, u turg'un faza vazifasini bajaradi. Ikkinchi suyuqlik esa harakatchan faza bo'lib, qattiq adsorbentda adsorбилangan turg'un faza orqali o'tib, aralashmadagi moddalarni tashiydi.

Ion almashinish xromatografiyasi ajratilayotgan aralashma eritmasi tarkibidagi ionlarning ionitlardagi ionlar bilan qaytar almashinuviga asoslangan. Ionitlar ionlanish va ion almashtirish xususiyatiga ega bo'lgan tarkibida funksional gruppalar bor, erimaydigan yuqori molekular birikmalardir. Ular kationitlar va anionitlarga bo'linadi.

Kationit kislotali xossaga ega bo'lib, tarkibidagi karboksil va sulfo gruppalarining protonlarini kationlarga almashtiradi. Anionitlar tarkibida asos xossali gruppalar (masalan, amino) bo'ladi. Ion almashinish xromatografiyasi ionitlardagi aktiv gruppalarining ajratilayotgan moddalar ionlari bilan ta'sirlashuviga asoslangan. Ular oqsil va aminokislotalarning aralashmalarini ajratishda ishlatiladi.

Xromatografiya metodik xususiyatlari va bajarilish texnikasiga ko'ra kolonkali, yupqa qavatli va qog'ozda taqsimlanish xromatografiyasiga bo'linadi.

Kolonkali xromatografiya asosan moddalarni aralashmadan miqdoriy ajratishda qo'llaniladi. 8.1-rasmda moddalarni aralashmadan miqdoriy ajratib olishda qo'llaniladigan kolonkali adsorbsion taqsimlanish xromatografiya kolonkalari ko'rsatilgan. Bu kolonkalardan ion almashinish xromatografiya usulida ham foydalanish mumkin.



8.1-rasm. Sorbent bilan to'ldirilgan xromatografik kolonka

Kolonkalarni adsorbent va ajratilayotgan moddalar aralashmasi bilan to'ldirishda ikki usuldan foydalaniladi. Birinchi usul bo'yicha tayyorlangan adsorbent kolonkaga oz-ozdan solinib, uchiga rezina kiygizilgan tayoqcha bilan to'xtovsiz urib turiladi. Bunda adsorbent zich joylashadi. Ba'zan esa elyuyent sifatida ishlatiladigan erituvchi yoki erituvchilar aralashmasi avval kolonkaga quyiladi, keyin adsorbent solinib, asta-sekin kolonka tayoqcha bilan uriladi. Ikkinchi usul bo'yicha adsorbent elyuyentda suspenziyalanadi va kolonkaga solinadi. Suspenziyalanganda havo pufakchalari qolmasligi kerak.

Tayyorlangan kolonkaga ajratilayotgan aralashmaning elyuyentdagi konsentrlangan eritmasi solinadi. Agar elyuyentda aralashma to'la erimasa, u avval yaxshi eriydigan erituvchida eritilib, adsorbentning minimal qismida adsorbsiyalanadi, quritiladi va so'ngra kolonkaga solinadi. Bunda modda kolonkaning 1/10 qismidan ko'p hajmini egallamasligi kerak. Kolonkaning diametri sorbent qatlamining qalinligiga nisbati 1:20 nisbat atrofida, sorbent ustidagi bo'shliq kamida 10-15 sm bo'lishi kerak.

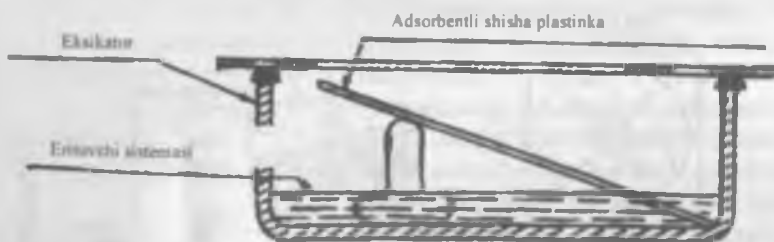
Kolonka tayyor bo'lgach, undan tanlab olingan elyuyent o'tkaziladi. Agar sorbent qatlamining qarshiligi kichik bo'lsa, elyuyent o'zi o'tadi. Agar sorbent qatlamining qarshiligi katta bo'lsa, elyuyent kolonka orqali bosim ostida o'tkaziladi yoki vakuum nasosi yordamida so'rib olinadi.

Rangli moddalar ajratilganda, ularning harakati kuzatib boriladi va toza holda ajratib olinadi. Rangsiz moddalar ajratilganda kolonkada ajralayotgan elyuyent tekshiriladi. Bunda elyuyent bir xil hajmdagi fraksiyalar tariqasida yoki bir xil vaqt (0, 20, 25, 30 minut) oralig'ida yig'ib olinadi. Har bir fraksiya yupqa qatlamdagi

xromatografiya, qog'oz xromatografiyasi, kolorimetrik, potensiometrlik yoki boshqa usullar yordamida tekshiriladi.

Yupqa qavatli xromatografiya keyingi vaqtlarda organik moddalar, ayniqsa, tabiiy birikmalarni analiz qilish va ajratishda keng qo'llanilmoqda. Yupqa qavatli xromatografiya (YuQX) sezgirligi yuqoriligi, analizning tez bajarilishi, xromatogrammalarni uzoq saqlash mumkinligi va ulardan moddalarni ancha oson desorbilab olish imkoniyatlari bilan boshqa xromatografik usullardan farq kiladi. Bu usul yordamida kimyoviy reaksiyalarning borishini nazorat qilish, xromatografik kolonka yordamida ajratilayotgan murakkab aralashmalarning ayrim tarkibiy qismlarga ajralishini kuzatish, moddalarni tez identifikatsiyalash va juda kam miqdordagi organik moddalarni aralashmadan miqdoriy to'liq ajratib olish va tozalash mumkin. Bularni bajarish uchun atigi 10—30 daqiqa vaqt sarf bo'ladi.

YUQX maxsus shisha plastinkaga yopishmagan yoki yopishgan sorbentning yupqa qatlamlarida bajariladi. Buning uchun adsorbent uzunligi 15-20 sm, eni 4-20 sm bo'lgan plastinkaga maxsus yupqa qatlam hosil qiluvchi asbob yordamida yotqiziladi. Plastinkaning bir chetidan 1,5—2 sm masofada ma'lum oraliqdagi bir chiziqda yotuvchi nuqtalar belgilanadi. Bu nuqtalar joylashgan chiziq *start chizig'i* deyiladi. Start chizig'iga bir xil miqdordagi tekshirilayotgan modda eritmasi maxsus shisha kapillyar yoki pipetka yordamida bir necha tomchidan tomiziladi. Plastinka erituvchilar sistemasi solingan xromatografiyalash kamerasiga, modda tomizilgan nuqtalari bo'lgan tomoni erituvchiga tushirilgan, lekin nuqtalar erituvchiga tegmagan holda joylashtiriladi. Xromatografiyalash kamerasining usti zich qilib yopiladi. Plastinka kamera qiya holda o'rnatiladi (8.2-rasm).

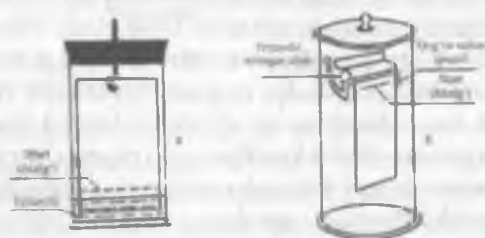


8.2-rasm. Yupqa qatlamli xromatografiya uchun asbob

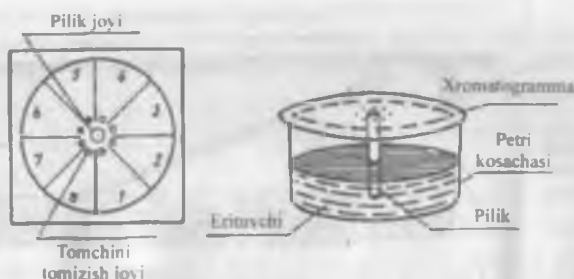
Kamera sifatida keng stakan, eksikator va boshqalardan foydalanish mumkin. Erituvchi yuqoriga ko'tarilib, plastinkaning qarama-qarshi uchiga 0,5-1 sm qolganda xromatografiyalash to'xtatiladi. Buning uchun plastinka kameradan olinadi va quritiladi.

Qog'oz xromatografiyasi ham yupqa qavatli xromatografiyaning bir ko'rinishi bo'lib, u murakkab aralashmalarni, ayniqsa, oqsillar, uglevodlar, yog'lar, antibiotiklar, gormonlar, glikozidlar, alkaloidlar, fenollar va boshqa tabiiy moddalarni ajratish va aniqlashda ishlatiladi.

Bu usulda qog'ozga adsorбилangan suv turg'un faza, harakatchan faza sifatida esa suv bilan aralashmaydigan erituvchi ishlatiladi. Tekshiriladigan aralashmadagi moddalarni ajratish shu ikki erituvchi orasida ularning taksimlanish koeffitsientiga bog'liq. Qog'oz adsorbent hisoblanadi. Qog'oz xromatografiyasi erituvchining yo'nalishiga qarab, yuqoriga ko'tariluvchi (8.3-rasm, a), pastga tushuvchi (8.4-rasm, b) va radial xromatografiya usullariga (8.5-rasm) bo'linadi.



8.3-rasm. Yuqoriga ko'tariluvchi (a) va pastga tushuvchi (b) qog'oz xromatografiyasi usullari uchun qurilmalar



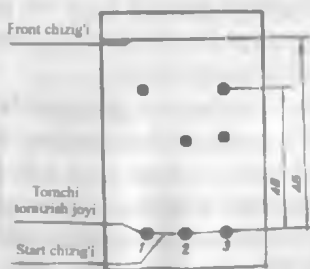
8.4-rasm. Radial qog'oz xromatografiyasi

Agar aralashmadagi moddalar har xil erituvchilarda turlicha R_f qiymatlariga ega bo'lsalar, ularni ikki tomonlama xromatografiya yordamida ajratish mumkin. Buning uchun kvadrat bichimli qog'oz olinib, modda qog'ozning burchagiga tomiziladi va oldin bir xil erituvchilar sistemasida xromatografiya o'tkaziladi, so'ngra qog'oz quritiladi va u 90°C ga burilgandan so'ng ikkinchi erituvchi sistemasida xromatografiya o'tkaziladi.

Bir xil qiymatli R_f olish uchun xromatografiyalash sharoiti (eritmalar sistemasini tarkibi, harorat, qog'ozning sifati, jarayonning borish vaqti, kameraning germetiklik darajasi va boshqalar) bir xil bo'lishi kerak.

Tekshirilayotgan moddalar aralashmasining eritmasi shisha kapillyar yoki pipetka yordamida yuqoriga siljuvchi va pastga tushuvchi xromatografiyalarda qog'oz chetidan 2—3 sm masofaga, gorizonta radial xromatografiyada esa qog'oz markazidagi qog'oz pilikdan 1,5—2 sm masofada ma'lum oraliqda bir necha tomchidan tomiziladi. Qog'oz namuna bilan quritiladi va maxsus kameralardagi erituvchi sistemasiga modda tomizilgan tomchilar tegmaydigan qilib joylashtiriladi. Yuqoriga siljuvchi va pastga tushuvchi xromatografiyalarda kamera devorlariga uni to'yintirish uchun erituvchi sistemasini shimdirilgan qog'oz tikka qilib qo'yiladi.

Yuqoriga siljuvchi xromatografiyada erituvchining yuqoriga ko'tarilishi qiyinroq bo'lganligi sababli R_f qiymati kichik moddalarni ajratish qiyin bo'ladi. Pastga tushuvchi xromatografiyada kameraning yuqori qismiga o'rnatilgan idishdagi erituvchi qog'oz bo'ylab yuqoridan pastga siljiydi, bu ancha tez amalga oshadi. Bunda eng asosiysi erituvchi qog'ozdan pastga oqib tushishi hisobiga kichik R_f qiymatli moddalarni ham ajratish mumkin.



8.5-rasm. Xromatogramma

Xromatogramma ionogen va kompleks hosil qiluvchi maxsus reagentlar bilan ishlanganda (pulverizator yordamida purkalganda), rangli dog'lar hosil bo'ladi. Moddalarni topish uchun bu dog'larning R_f qiymatlari «guvohlar»ning R_f qiymatlari bilan solishtiriladi. Guvohlar yordamida moddalarni topishda aralashmada bo'lishi taxmin qilinayotgan moddaning aniq namunasi eritilib, tekshirilayotgan

eritma bilan yonma-yon yoki aralashtirib qo'yiladi. R_f qiymatni topish uchun modda qo'yilgan start chiziqdan modda (dog') markazigacha bo'lgan (AB) masofa start chizig'idan erituvchi yetib borgan front chizig'igacha bo'lgan masofaga (AE) bo'linadi

$$R_f = \frac{AB}{AE}$$

8.2. O'simlik pigmentlarini Kolonkali adsorbsion xromatografik usulda ajratish

Kolonkali va qog'oz xromatografiya usullari yordamida moddalarni ajratish, tozalash va identifikatsiyalash mumkin. Mazkur ishda o'simlik yashil barglari tarkibidagi pigmentlar adsorbent va xromatografik qog'ozda qatlamlarga ajratiladi.

O'simlik yashil bargi pigmentlari kolonkali adsorbsion xromatografiya usulida ajratilganda rangsiz adsorbent qatlami turli xil rangga bo'yaladi.

Ishni bajarish tartibi. Chinni hovonchaga 4—5 dona yangi uzilgan o'simlik bargi bo'lakchalari va tarkibidagi organik kislotalarni neytrallash uchun bo'r hamda shisha siniqlari solinib, yaxshilab eziladi. To'xtovsiz ezib turilgan aralashmaga oz-ozdan, jami 10—15 ml atseton solinadi va ezish 2—3 daqiqa davom ettirilgandan so'ng aralashma salqin joyda qoldiriladi. Uchi cho'zilgan shisha naychaga (kolonka) adsorbent to'kilmasligini ta'minlash uchun bir oz paxta joylashtirilib, aluminiy oksidi solinadi. Uchiga rezinka kiygizilgan shisha yoki yog'och tayoqcha bilan kolonka urib turilgan holda undagi adsorbent zichlanadi. Sorbent qavati 3—4 sm ga yetgach, uning ustidan yupqa qavatli paxta joylashtiriladi va yana 10 sm qalinlikda aluminiy oksidi zichlab joylashtiriladi.

Salqinda saqlanayotgan chinni hovonchadagi pigmentlar eritmasi filtrlanadi. Filtrat yorug'lik nurida billur zangori va qizg'ish fluoressensiya beradi. Kolonkadan atseton yoki toluol (benzin) o'tkazilib, filtratdan 2—3 ml quyiladi. Filtrat adsorbentga to'la shimilgach, kolonkaga atseton yoki toluol (benzin) quyiladi va moddalar elyuyentlari ajratiladi. Muayyan vaqtdan keyin kolonkada bir necha rangli sohalar paydo bo'ladi. Eng yuqorida

sarg'ish-zangori zona — xlorofill A, pastroqda sariq — ksantofill va undan pastda zarg'aldoq rangli karotin joylashadi. Elyuyentlarni ajratish davom ettirilsa, moddalar alohida-alohida ajratib olinishi mumkin.

8.3. O'simlik pigmentlarini Yupqa qavatli qog'oz xromatografiyasi usulida ajratish

Yupqa qavatli taqsimlanish xromatografiyasi usulida o'simlik pigmentlarini ajratishda bir xil zichlikka ega bo'lgan filtr qog'ozi, «Vatman» yoki maxsus yupqa qavatli silifoldan foydalanish mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Chinni hovonchaga 2 g yangi uzilgan o'simlik barglari, ozroq shisha qirindisi va organik kislotalarni neytrallash uchun bo'r solinib, yaxshilab eziladi. Aralashmani ezishni davom ettirgan holda ustiga oz-ozdan, jami 10 ml atseton quyiladi va filtrlanadi. Stakandagi filtratga filtr qog'ozining 4x25 sm uzunlikdagi bo'lagi solinadi. Qog'oz stakan devoriga tegmasligi kerak. 20—30 daqiqa o'tgach, xromatografik qog'ozda o'simlikning har xil rangli pigmentlari bir-biridan ajralgan holda joylashadi. Ularning R_f qiymatlarini o'lchab, identifikatsiya qilish mumkin.

8.4. Meva va sabzavotlardagi askorbin kislotani topish

Meva va sabzavotlar tarkibida askorbin kislota mavjudligini, adsorbent sirtida uning ajralishi va ajralgan askorbin kislotaning yod bug'larida ochiltirilishiga asoslangan.

Ishni bajarish tartibi. Silifol plastinkasidan 3x10 sm o'lchamda qirqib olinadi. Uning pastki chetidan 1—1,5 sm masofada grafit qalam yordamida to'g'ri chiziq chiziladi va shu chiziqda ikkita nuqta belgilanadi. Birinchi nuqtaga bir necha tomchi filtrlangan meva shirasi shisha kapillyar yoki pipetka yordamida tomiziladi. Tomchi keng yoyilib ketmasligi uchun har bir tomchi quritib olinadi va keyin yana tomiziladi. Ikkinchi nuqtaga xuddi shu tarzda ikki tomchi askorbin kislotaning 0,5% li eritmasi tomiziladi. Petri kosachasiga 9 ml etanol, 3 ml geksan (3:1 nisbat) solinib, eksikatorga joylashtiriladi. Erituvchilar sistemasiga silifol plastinkasi qiya o'rnatilib.

eksikatorning qopqog'i zich berkitiladi. Erituvchi plastinkaning yuqorigi chetiga 0,5—1 sm yaqinlashgach, xromatogramma olinadi va front chizig'i (erituvchi ko'tarilgan chiziqni) grafit qalam yordamida belgilanadi va quritiladi. Xromatogramma yod kristallari solingan eksikatorida 1—2 daqiqa saqlanadi. Bunda yod ta'sirida xromatogrammada ajralgan moddalar rangli dog'lar hosil kiladi. Ularni grafit qalam bilan chegaralab, R_f aniqlanadi.

8.5. Limon va tamakidagi limon kislotani aniqlash

Limon kislotani aniqlash adsorbent sirtida uning ajralishi va ajralgan limon kislotaning ochiltirilishi natijasida hosil qilgan dog'ini tekshirishga asoslangan.

Ishni bajarish tartibi. Silifol plastinkasidan 3x10 sm o'lchamda qirqib olinib, uning pastidan 1—1,5 sm yuqoridagi chiziqda grafit qalam bilan uchta nuqta belgilanadi. Shisha kapillyar yoki pipetka yordamida birinchi nuqtaga suvda suyultirilgan limon shirasidan, ikkinchi nuqtaga limon kislotaning 0,5 % li eritmasidan (guvoh), uchinchi nuqtaga esa tamakining suvdagi ivitmasidan (tamaki maydalanib, issiq suvda 0,5—1 soat ivitib qo'yiladi) bir tomchidan tomiziladi, quritiladi va eksikatoridagi etanol-geksan 3:1 sistemasi solingan Petri kosachasiga qiya o'rnatilib, eksikator zich yopiladi. So'ngra xromatogramma hosil qilingach, u eksikatorida yod bug'lariga tutiladi va hosil bo'lgan dog'larning R_f qiymati aniqlanadi. R_f qiymatlarni solishtirish orqali tamakida limon kislota borligiga ishonch hosil qilinadi.

8.6. Kofe va choydagi kofeinni aniqlash

Kofe va choy tarkibida yetarli miqdorda kofein mavjud bo'lib, uni yupqa qavatli xromatografiya usulidan foydalanib ajratish va topish mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Silifol plastinkasidan 3x10 sm li o'lchamda qirqib olinadi va uning pastidan 1—1,5 sm qoldirib chizilgan chiziqda grafit qalam yordamida uchta nuqta belgilanib, uning birinchisiga choyning suvdagi damlamasi, ikkinchi nuqtaga kofeinning 0,5% li

eritmasi, uchinchi nuqtaga esa kofening suvdagi eritmasidan bir-ikki tomchidan shisha kapillyar yoki pipetka yordamida tomiziladi, quritiladi va eksikatoridagi 5 ml etanol solingan Petri kosachasiga qiya o'rnatilib, eksikator zich yopiladi. Erituvchi ko'tarilib, plastinkaning yuqorigi chetiga 0,5 sm qolganda plastinka olinib, erituvchi ko'tarilgan chiziq (front chizig'i) grafit qalam bilan belgilanadi. Xromatogramma quritilib, yod kristallari solingan eksikatorida bir necha daqiqa saqlanadi. Paydo bo'lgan dog'larning R_f qiymati aniqlanadi. R_f qiymatlar taqqoslanib, tegishli xulosa qilinadi.

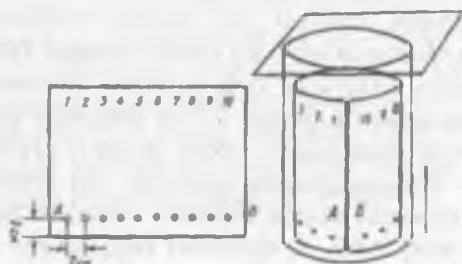
8.7. Sariyog' tarkibidagi moy kislotani aniqlash

Yupqa qavatli xromatografiya usuli yordamida moy kislotani ajratib, uning R_f qiymatini baholash va kislotani topish mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Bir necha mg sariyog' kolbaga solinib, bir necha ml benzol bilan yaxshilab aralashtiriladi va bir necha daqiqa qizdiriladi. Bu vaqtda Silifol plastinkasidan 3x10 sm o'lchamda qirqib olinib, uning bir chetidan 1—1,5 sm masofada grafit qalam bilan chizilgan to'g'ri chiziqda ikkita nuqta belgilanadi. Birinchi nuqtaga shisha kapillyar yordamida bir necha tomchi moy kislotaning 0,5 % li eritmasi (guvoh) tomiziladi. Ikkinchi nuqtaga esa shuncha miqdor sariyog'ning benzoldagi eritmasi tomiziladi. Eksikatoridagi Petri kosachasiga 5 ml etanol-ammiak-suv (20:1:4) araiashmasi solinib, plastinka qiya o'rnatiladi va eksikatorning qopqog'i zich yopiladi. Plastinkaning yuqorisigacha 0,5—1 sm qolganda xromatogramma olinib, front chizig'i grafit qalam bilan belgilanadi, quritiladi va yod kristallari solingan eksikatorida bir necha daqiqa qoldiriladi. Paydo bo'lgan dog'lar qalam bilan chegaralanadi va R_f aniqlanadi. Moy kislotaning R_f qiymati shu eritmalar sistemasida 0,65 ga tengligini bilgan holda sariyog'dagi moy kislota haqida xulosa qilinadi.

8.8. Aminokislotalarni ajratish

Yupqa qavatli qog'oz xromatografiyasi yordamida aminokislotalarni ajratish, ularning R_f qiymatlarini baholash va aminokislotalarni topish mumkin.



8.6-rasm. Yuqoriga siljuvchi qog'oz taqsimlanish xromatografiyasi yordamida aminokislotalarni ajratish

Ishni bajarish tartibi. 10 sm uzunlikdagi xromatografik qog'oz bo'lagining pastki qismidan 1—1,5 sm masofada grafit qalam bilan start chizig'i o'tkaziladi va unda bir nechta nuqta belgilanadi. Birinchi nuqtaga tekshirilayotgan α — aminokislotalar aralashmasining eritmasi, ikkinchi nuqtaga esa ma'lum aminokislotalar leysin (R_f —0,5), triptofan (R_f —0,4), treonin (R_f —0,15), lizin (R_f —0,1) aralashmasi eritmasi (guvoh) va qolgan nuqtalarga alohida aminokislotalar eritmalaridan shisha kapillyar yordamida bir necha tomchidan tomiziladi.

Tomchi dog'lari diametri 2 mm dan katta, nuqtalar oralig'i esa 4—5 mm dan kam bo'lmasligi kerak. Tomizilgan eritma qog'ozda qurigach, balandligi 10—20 sm li sklyanka yoki menzurkaga 1—2 ml butanol-sirka kislota-suv (4:1:5) — sistemasining organik fazasidan quyib, qog'ozni idish yoki menzurka devorlariga tegmaydigan, tomizilgan dog'lar sistemadan yuqorida turadigan qilib, joylashtirib og'zi zich yopiladi (8.6-rasm). Erituvchi qog'ozning yuqorigi chetiga ko'tarilgach, pinset yordamida xromatogramma olinadi va oldin havoda, keyin elektrolit ustida quritiladi.

Quritilgan xromatogramma ningidrinning atsetondagi eritmasiga 1 sek davomida tushiriladi, so'ngra oldin havoda, keyin plitka ustida quritiladi. Bunda α —aminokislotalarning dog'lari binafsha rangga bo'yaladi. Ularning R_f qiymatlarini aniqlab, guvohlar bilan solishtiriladi va identifikatsiya qilinadi.

8.9. Murakkab aralashmaning sifat tarkibini aniqlash

Qutbli va qutbsiz suyuq fazalarda moddalarning nisbiy ushlanish hajmlarini (kattaliklarini) aniqlash orqali normal parafinlar – pentan, geksan, geptan, oktan, nonan (ichki standart vazifasida n -pentan ishlatiladi), aromatik uglevodorodlar – benzol, toluol, m - va o -ksilollar, etilbenzol (ichki standart – n -pentan) singari uglevodorodlarni ajratish va ularni aniqlash mumkin. Ish gaz xromatografiyasi usulida amalga oshiriladi.

Ishni bajarish tartibi. Har ikkala suyuq fazadan tayyorlangan sorbent bilan to'ldirilgan kolonkalarda to'yingan va aromatik birikmalar xromatografiyalanadi va ularning nisbiy ushlanish hajmlari (kattaliklari) n -pentanga nisbatan aniqlanadi.

Uglevodorodlarni (n -parafinlar va aromatik) topish uchun quyidagi usullardan foydalanish mumkin.

a) qutbli va qutbsiz turg'un fazalarda olingan va ular asosida tuzilgan darajalash chizmasi.

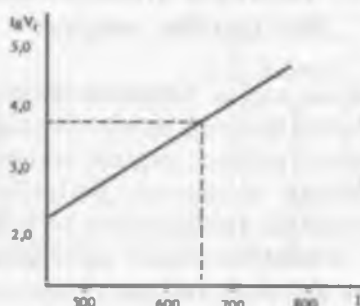
b) qutbli va qutbsiz fazalardagi ushlanish kattaliklari o'rtasidagi, (qutbli fazada) va (qutbsiz fazada) bog'liqlik chizmasi.

d) qutbli va qutbsiz suyuq fazalarda olingan ushlanish kattaliklari bo'yicha tuzilgan $\sim T_{\text{qutbsiz}}/T_{\text{qutbli}}$ chizmasi. Bu chizma bo'yicha topilgan T_{qutbli} adabiyotlarda keltirilgan qiymatlar bilan solishtiriladi.

8.10. Murakkab aralashmaning sifat tarkibini Kovachning ushlanish indeksi bo'yicha aniqlash

Aralashmaning tarkibiy qismlarini Kovachning ushlanish indeksi bo'yicha topish mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Berilgan suyuq fazalardan tayyorlangan sorbentlar bilan to'ldirilgan kolonkalarda etalon uglevodorodlar va aromatik uglevodorodlarning ushlanish hajmlari aniqlanadi. Olingan natijalar asosida har ikkala faza uchun $\lg V_r \sim I$ bog'liqlik chizmasi tuziladi (8.7.-rasm).



8.7-rasm. $\lg V_r \sim I$ bog'liqlik chizmasi

Quyidagi tenglama va chizma asosida aromatik uglevodorodlarning ushlanish indeksleri har ikkala turg'un faza uchun topiladi:

$$I = \frac{\lg V_{r(n)} - \lg V_{r(n+1)}}{\lg V_{r(n+1)} - \lg V_{r(n)}} - 100n$$

bu yerda, $\lg V_{r(n)}$ — tarkibida n ta uglerod atomi bo'lgan n -uglevodorodning keltirilgan ushlanish hajmi; $\lg V_{r(n+1)}$ tarkibida $n+1$ ta uglerod atomi bo'lgan n —uglevodorodning keltirilgan ushlanish hajmi; $\lg V_{r(n)}$ — aromatik uglevodorodning keltirilgan ushlanish hajmi.

Bundan tashqari additivlik sxemasidan foydalanib, quyidagi formula bo'yicha aromatik uglevodorodlarning ushlanish indeksleri hisoblanadi.

$$I = I_{CH} + \sum n I_k$$

bu yerda, I_{CH} — uglevodorod, masalan, benzolning ushlanish indeksi; n — funksional gruppalar soni; I_k — molekula struktura guruhining inkrementi indeksi.

Aromatik uglevodorodlar uchun

$$I_{CH} = I_{C_6H_6}$$

Masalan, CH_3 gruppasi uchun inkrement indeksi toluol va benzolning ushlanish indeksleri orasidagi farqqa teng, ya'ni

$$I_{CH_3} = I_{C_6H_5CH_3} - I_{C_6H_6}$$

O'lchash va hisoblash natijalari quyidagi jadvalda qayd etiladi.

Turg'un faza	Modda	Ushlanish indeksi		
		Adabiyotdagi ma'lumotlar (T=130°S)	Tajriba natijalari (T=130°S)	Additiv sxema bo'yicha hisoblangan
Atizon	Benzol	691		
	Toluol	798		
	m-ksilol	904		
	o-ksilol	930		
PEG-2000	Benzol	957		
	Toluol	1042		
	m-ksilol	1131		
	o-ksilol	1161		

Identifikatsiyalashni amalga oshirishda Kovachning o'lchangan ushlanish indeksleri adabiyotdagilar bilan solishtiriladi.

8.11. Atsetofenon, benzofenon va fenol aralashmasini ajratish jarayonining simpleks rejalashtirilishini maqbullashtirish

Atsetofenon, benzofenon va fenol aralashmasini gaz xromatografiyasi usulida ajratish sharoitining maqbul kattaliklarini topish va uni maqbullashtirish mumkin. Maqbullashtiriladigan kattaliklar qatorida tashuvchi gazning hajmiy tezligi, α , ml/min; turg'un suyuq faza miqdori, σ , %; xromatografik kolonkaning uzunligi, L , sm ko'rib chiqiladi. Maqbullashtirishning dastlabki nuqtasida kattaliklarning qiymatlari:

$$\alpha_{s(0)} = 37 \text{ ml / min}, \sigma_0 = 5 \%; L_0 = 27 \text{ sm.}$$

Ishni bajarish tartibi. Maqbullik mezoni bo'lmish javob funksiyasi sifatida quyidagi formula bilan hisoblanadigan nazariy tarelkaga ekvivalent balandlik

$$H = 0,181 L \left(\frac{\Delta l_{0,5}}{l_r} \right)^2$$

olinadi, bu yerda, H — nazariy tarelkaga ekvivalent balandlik; L — kolonkadagi sorbentning uzunligi, sm; $\Delta l_{0,5}$ — xromatografik

cho'qqining yarim balandligiga to'g'ri keladigan kenglik; l — diagramma lentadagi moddaning ushlanish masofasi.

Maqbullashtirishning dastlabki nuqtasidagi kattaliklar qiymati:

$$\alpha_{(0)} = 37 \text{ m/min}, \sigma_0 = 5\%, L = 27 \text{ sm}.$$

Bu qiymatlarning o'zgarishi quyidagicha: $\Delta\alpha_i = 3 \text{ ml/min}$, $\Delta\sigma = 0,2\%$, $\Delta L = 3 \text{ sm}$. Maqbullashtirishni amalga oshirishda uch o'zgaruvchili funksiya uchun tuzilgan butun sonli matritsadan foydalanish mumkin (8.1-jadval).

8.1-jadval

Kodlashtirilgan koordinatalar sistemasi uchta o'zgaruvchi uchun rejalashtirish matritsasi

Tajriba	$X_1(\alpha_i)$	$X_2(\sigma)$	$X_3(L)$
1	-1	-1	+1
2	+1	-1	-1
3	-1	+1	-1
4	+1	-1	+1

Jadvaldagi X_1, X_2, X_3 — o'zgaruvchilarning kodlashtirilgan koordinata sistemasidagi qiymatlari kodlashtirilgan sistemadan fizikaviyga quyidagi formula bo'yicha o'tkaziladi:

$$x_i = x_{i(0)} + \Delta x_i X_i,$$

bu yerda, X_i — koordinatalarning kodlashtirilgan sistemasidagi i tartibli o'zgaruvchining qiymati; x_i — koordinatalarning fizikaviy sistemasidagi i tartibli o'zgaruvchining qiymati; $x_{i(0)}$ — koordinatalarning fizikaviy sistemasi dastlabki nuqtasidagi i tartibli o'zgaruvchining qiymati; Δx_i — fizikaviy koordinatalar sistemasidagi o'zgaruvchining o'zgarish qadami.

Simpleksning uch o'lchamli fazadagi harakati (siljishi) simpleks cho'qqilarida javob funksiyasining qiymatlari haqidagi ma'lumotlar olingandan keyin amalga oshiriladi. Simpleksning yangi cho'qqilarida o'zgaruvchilarning qiymatlari quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$X_i = \frac{2}{n} \left(\sum_{j=1}^{n-1} X_{i(j)} - X_i^* \right) - X_i^*,$$

bu yerda, n — rejalashtirish matritsasidagi o'zgaruvchilar (kattaliklar) soni; j — tajriba tartibi; i — o'zgaruvchi tartibi; X_i^* — oldingi simpleksning eng muvaffaqiyatsiz cho'qqisidagi i tartibli o'zgaruvchining qiymati.

O'zgaruvchan kattaliklarning fizikaviy koordinatalar ststemasidagi qiymatlari 8.2-jadvalda beriladi.

8.2-jadval

Tajriba kattaliklari va javob funksiyalarining dastlabki nuqta va simpleks cho'qqilarining fizikaviy koordinatalar sistemasidagi qiymatlari

Simpleks raqami	Cho'qqi raqami	Tajribalarning kattaliklari			
		a , ml/min	σ , %	L, sm	H, sm
I	0	37	5,0	27	0,5
	1				
	2				
	3				
	4				
II	1				
	2				
	3				
	4				
	5				

Maqbullashtirish kamida yettita simpleks bo'yicha o'tkaziladi, olingan natijalardan hamda H ning minimal qiymatiga mos keladigan maqbul kattalik a , σ va L cho'qqi topiladi.

Atsetofenon, benzofenon va fenolning xlorbenzoldagi eritmalarining dastlabki va maqbul sharoitlarda olingan xromatogrammalari solishtiriladi. Har ikkala xromatogramma asosida analiz qilinadigan moddalarning ajralish koeffitsientlari hisoblanadi va ular solishtiriladi.

8.12. Ajratiladigan moddaning asosiy xromatografik xarakteristikalarini aniqlash

Mazkur metodika bo'yicha gaz xromatografiyasi usuli yordamida moddalarning ushlanish hajmlari, yutilishning muvozanat

konstantasi, ikki tarkibiy qism uchun zonalarning kolonkada nisbiy va absolyut ko'chish tezliklari va selektivlik mezonlarini aniqlash mumkin.

Ishni bajarish tartibi. Tajriba turli xil (qutbli – tributilfosfat va qutbsiz – vazelin moyi) sorbentlar bilan to'ldirilgan 2 ta kolonkada bir xil sharoitda o'tkaziladi. Tahlil qilinayotgan aralashma suyuq holatda mikroshprints yordamida kolonkaga kiritiladi. Benzol va n-geksan aralashmasi gaz-suyuqlik xromatografiyasi usulida 2 ta sorbentda ajraladi. Olingan xromatogrammalar bo'yicha quyidagi

asosiy xromatografik harakteristikalar topiladi: V_R^1 , V_R , V_R^1 , R_F , W , K_s kolonkalar tayyor sorbentlar bilan to'ldiriladi. Har bir kolonkadagi sorbentlarning massalari aniqlanadi.

Sorbentlar bilan to'ldirilgan kolonkalar xromatograf termostatiga joylashtiriladi. U detektorga ulanishdan oldin kamida 2 soat davomida ishlash haroratidan 25 °C yuqori haroratda tashuvchi gazning kuchsiz oqimida (5—10 ml/min) tozalanadi. Berilgan mazkur harorat suyuq fazaning yuqori harorati chegarasidan past bo'lishi kerak. Keyin termostat xona haroratigacha sovitiladi. Kolonka detektorga ulanadi va gaz yo'lining germetikligi tekshiriladi.

Shundan so'ng

$$V_r^1 = (t_r - t_{n(0)}) a_s \frac{3 \left(\frac{P}{P^0} \right)^2 - 1}{2 \left(\frac{P}{P^0} \right)^2 - 1} \cdot \frac{T_k}{T_r} \cdot \frac{(P_s - P_{n(0)})}{P_s}$$

va

$$V_r = \frac{(t_r - t_n)}{g} a_s f_1 f_2 f_3$$

tenglamalar bo'yicha benzol va n-geksanning ikkala suyuq fazadagi haqiqiy va solishtirma ushlanish hajmlari hisoblanadi. $V_{n(0)}$ ni aniqlash uchun tashuvchi gaz sifatida vodorod yoki geliy ishlatiladi. Ushlanish vaqtini aniqlash uchun quyidagilar hisoblanadi (8.8.-rasm).

Taqsimlanish konstantasini aniqlash. Gaz-adsorbsion xromatografiya usulida adsorbsiya koeffitsienti (G) va gaz-suyuqlik

xromatografiya usulida taqsimlanish koeffitsienti taqsimlanish konstantasi deb yuritiladi:

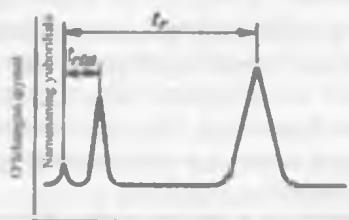
$$\Gamma = \frac{a_s t_r}{L v_A} - \frac{V_C L}{V_A L} \text{ yoki } \Gamma = \frac{V_2 - V_{r(0)}}{V_A} \text{ va } K = \frac{V_2 - V_{r(0)}}{V_L}$$

Kolonaning kattaliklarini baholashda zarur bo'lgan V_A va V_L qiymatlar

$$V_A = V - V_{r(0)}$$

formula yordamida baholanadi. Bu yerda, V – kolonaning umumiy hajmi;

V_A – kolonkadagi adsorbentning hajmi.



8.8.-rasm. Xromatogrammadan moddaning ushlanish vaqtini aniqlash:

t_r – xromatografiyalanadigan moddaning umumiy ushlanish vaqti;

$t_{r(0)}$ – sorbsiyalanmaydigan moddaning ushlanish vaqti

Kolonkadagi suyuq fazaning hajmi quyidagi formula yordamida topiladi:

$$V_L = gC/(\rho 100),$$

Bu yerda, g — harakatsiz qattiq faza bilan suyuq fazaning umumiy massasi; C — suyuq faza miqdori; ρ — suyuq faza zichligi.

Xromatografik yo'laklarning mutlaq va nisbiy ko'chish tezliklarini aniqlash. Ikkala sorbentda ham benzol va n-geksanning xromatografik yo'llarining mutlaq ω va nisbiy R_f ko'chish tezliklari

$$\omega = \alpha_s / (\vartheta_C + \Gamma \vartheta_L), R_f = \vartheta_C / \vartheta_L K$$

tenglamalar yordamida hisoblanadi.

Kolonka kattaliklari (ϑ_C , ϑ_A , ϑ_L) quyidagi formulalar yordamida baholanadi:

$$\vartheta_C = V_{r(0)} / L, \vartheta_A = V_A / L, \vartheta_L = V_L / L$$

Selektivlik kriteriyasini aniqlash. Tributilfosfat va vazelin moyida benzol va n-geksan uchun selektivlik $K_{C(L)}$ va α_{21} mezonni quyidagi formulalar yordamida aniqladi:

$$K_{C(L)} = \frac{K_{s2} - K_{s1}}{K_{s2} + K_{s1}} = \frac{\frac{K_{s2} - 1}{K_{s1}}}{\frac{K_{s2} + 1}{K_{s1}}} = \frac{\alpha_{s2} - 1}{\alpha_{s1} + 1}; K = \frac{V_r + V_{r(e)}}{L}$$

Hisoblash natijalari jadvalga kiritiladi va solishtiriladi. Shunday jadval ikkinchi kolonka uchun ham to'ldiriladi.

Ajralish mezonlarini aniqlash.

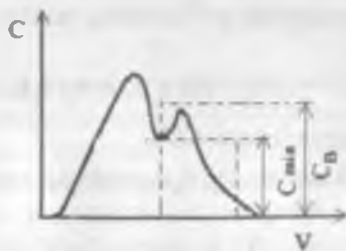
Ishni bajarish tartibi: Tahlil uchun aralashma tayyorlashda analitik tarozida 1,8 g metiletilketon, 1,3 g atsetaldegid, 1,5 g propion aldegid, 1,1 g etil spirt, 2,0 g n-butil spirt tortib olinadi. Tortib olingan har bir namuna 10 ml xlorbenzolda eritiladi va eritmalar aralashtiriladi. Aralashma «Svet-100, 165» rusumli xromatografda tahlil qilinadi. Olingan xromatogramma asosida ajralish mezonlari aniqlanib, quyidagi jadvalga kiritiladi:

Modda	I	$\Delta I, \text{sm}$	h, sm	$h_{\text{min}}, \text{sm}$	K_1	K_n	K_n

Tegishli qiymatlar quyidagi tenglama va rasmlar yordamida hisoblanadi:

$$K_1 = \frac{V_{z(2)} - V_{z(1)}}{(\Delta V_r)_1 + (\Delta V_r)_2}; K_n = \frac{C_n - C_{\text{min}}}{C_n};$$

$$\Delta V_r = \frac{l_r}{l' - l'} = \frac{l_r}{\Delta l}; K_n = \frac{100}{n-1} \sum_{i=1}^n \left(\frac{C_n - C_{\text{min}}}{C_n} \right)_i = \frac{100}{n-1} \sum_{i=1}^n K_{n(i)}$$



8.13. Yuqori haroratda qaynaydigan birikmalar analizi uchun past haroratli xromatografik kolonkaning maqbul kattaliklarini aniqlash

Bu ishda $\frac{1}{T_2} = \frac{2,3R}{\Delta H_L} \lg \left(\frac{W_{L(1)} a_{S(2)}}{W_{L(2)} a_{S(1)}} \right) + \frac{1}{T_1}$ tenglama yordamida

kolonka harorati hisoblanadi va quyidagi jadvalga kiritiladi. Muayyan ushlanish vaqtida past haroratli kolonkada atsetofenon yoki benzofenon misolida yuqorida keltirilgan tenglama tajribada tekshiriladi. $t_{x(1)}$ atsetofenon uchun 5 daqiqa 30 sek, benzofenon uchun 17 daqiqaga teng.

Ishni bajarish tartibi: O'qituvchidan benzofenon yoki atsetofenonning xlorbenzoldagi 1 mol/l konsentratsiyali eritmasi olinadi. Kolonka zaruriy talabga javob beradigan sharoitga keltiriladi, shundan so'ng xromatograf gaz yo'lining germetikligi tekshiriladi. Keyin boshlang'ich sharoitda atsetofenon yoki benzofenon xromatografik tahlil qilinadi. Boshlang'ich sharoit uchun $W_{L(1)} = 30\%$; $a_{S(1)} = 40$ ml/min; $t_1 = 90$ °C. Bug'latgich harorati 100 °C. Atsetofenon yoki benzofenon uchun $\Delta H_L = 21.3 T_{qayn}$ formuladan DN_L aniqlanadi. Atsetofenon uchun qaynash harorati 306 °C, benzofenon uchun 202 °C. $W_{L(2)}$, $a_{S(2)}$ va T_2 ning hamma qiymatlarida atsetofenon yoki benzofenon uchun N (NTEB) aniqlanadi. Tajriba va hisoblash natijalari quyidagi jadvalga kiritiladi:

$W_{L(2)}$	$a_{S(2)}$ ml/min	Kolonka harorati T_2 , °C		
		tenglama bo'yicha hisoblash natijalari	tajribada topilgan	N (NTEB) sm
25	40			
15	40			
10	40			
5	40			
5	60			
5	80			
5	100			

FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR

О.Файзуллаев. Аналитик кимё асослари. – Т.: «Абдулла Қодирий номидаги Халқ мероси» нашриёти, 2003, 443-б.

M.Otto. Современные методы аналитической химии. – М.: Мир, 2003, т. 1, т. 2.

Основы аналитической химии. в 2 кн. Серия «Классический университетский учебник». /Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высшая школа, 2004. т. 1. Общие вопросы. Методы разделения. т. 2. Методы химического анализа.

Основы аналитической химии. Практическое руководство. /Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высшая школа. 2003.

В.П.Васильев. Аналитик кимё. /Русчадан А.Тошхўжаев таржимаси. – Т.: «Ўзбекистон», 1999.

А.П.Крешков. Основы аналитической химии. В 3 кн. – М.: Химия, 1977.

Р.Келнер и др. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Т.1,2. – М.: Мир, 2004.

В.Н.Алексеев. Ярим микрометод билан қилинадиган химиявий сифат анализи курси. – Т.: «Ўқитувчи», 1975.

А.Т.Пилипенко, И.В.Пятницкий. Аналитическая химия. В 2 кн. – М.: Химия, 1990.

Н.Б.Бобоев, Н.Т.Туробов, Ч.И.Ибраимов. Титриметрик анализ методлари. – Т.: Университет, 1994.

М.Миркомилова. Аналитик кимё. – Т.: «Ўзбекистон», 2003.

Д.Скуг, Д.Уест. Основы аналитической химии. В 2 кн. Пер. с англ. /Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Мир, 1979.

Харитонов Ю.А. Аналитическая химия. Аналитика: В 2-х кн.: Кн. 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа. 2001.

И.К.Цитович. Курс аналитической химии. – М.: Лан. 2004. с. 496.

К.Дозрфель. Статистика в аналитической химии. Пер. с англ. /Под ред. В.В.Налимова. – М.: Мир, 1994.

Ш.Т.Толипов, Х.Ш.Хусайнов. Аналитик химиядан масалалар тўплами. – Т.: «Ўқитувчи», 1984.

Основы аналитической химии. Задачи и вопросы. /Под ред. Ю.А.Золотова. — М.: Высшая школа. 2002.

Сборник вопросов и задач по аналитической химии. /Под ред. В.П.Васильева. – М.: Высшая школа, 1976.

Е.Н.Дорохова, Г.В.Прохорова. Задачи и вопросы по аналитической химии. – М.: Мир. 2001.

Ю.А.Золотов, В.М.Иванов, В.Г.Амелин. Химические тест-методы анализа. – М.: Дрофа, 2002.

D.Harkey. Modern Analytical chemistry. Copyright @ 2000 by The McGraw-Hill Companies. USA.

Analytical chemistry. Ed.R.Kellner et al. Weinheim ets.: Willey. 1998. Whois Who in Analytical Chemistry. Europe./ Ed.: M.Valcarcel Cases and A.Rios Castro. — Berlin ets.: Springer Verled. 2002.

Internet saytlari:

<http://www.anchem.ru> – Журнал аналитической химии (РФ).

<http://www.chemport.ru> –Kimyo bo'yicha nashr etiladigan barcha jurnallar (tashkil etilganidan buyon) ro'yxati.

<http://www.chemdex.org>; books.consultant.ru – Kimyoviy adabiyotlar haqida ma'lumotlar.

<http://www.chem.msu.su> –AQSHning Analytical Chemistry jurnallari katalogi.

<http://www.chemist.ru.bsu.by/abc/current/a.htm> – To'la matnli tekin ilmiy jurnallar (arxivida 1876-yildan 1997-yilgacha bo'lgan referatlar va ayrim maqolalar bor).

<http://www.Rcs.chph.ras.ru/rcsout.htm> – Xemometrikaning analitik kimyoda ishlatilishi.

<http://txt.elibrary.ru> – Elektron kutubxona.

<http://txt.URSS.ru> – Ilmiy kitoblarning internet magazini.

<http://www.rusanalytchem.org> – Analitik kimyoning turli sohalarda qo'llanilishi.

<http://www.sbras.nsc.ru> – Konferyensiyalar haqida ma'lumotlar.

<http://www.Alhimik.ru> – Kimyoning barcha sohalariga oid yangiliklar, yangi kitoblar, muloqot.

MUNDARIJA

So'zboshi	3

I QISM

I BOB

1. Analitik kimyo laboratoriyasida ishlash texnikasi va xavfsizligi qoidalari	6
1.1. Laboratoriya ishlarini bajarish texnikasi va unda ishlatiladigan asboblari	9
1.2. Laboratoriya idishlarining tozaligi	13
1.3. Ayrim amallarni bajarish texnikasi	14

II BOB

2. Sifat analizi	17
2.1. Vodorod sulfidli klassifikatsiya	18
2.2. Birinchi grupp kationlarining reaksiyalari	22
2.3. Kaliy kationining reaksiyalari	23
2.4. Natriy kationining reaksiyalari	25
2.5. Ammoniy kationining reaksiyalari	27
2.6. Magniy kationining reaksiyalari	30
2.7. Litiy kationining reaksiyalari	32
2.8. Birinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi	33
2.9. Ikkinchi grupp kationlarining reaksiyalari	36
2.10. Grupp reagentining ta'siri	36
2.11. Bariy kationining reaksiyalari	39
2.12. Stronsiy ionining reaksiyalari	41
2.13. Kalsiy kationining reaksiyalari	42
2.14. Birinchi va ikkinchi analitik gruppalar kationlari aralashmasining analizi	44

III BOB

3. Uchinchi grupp kationlarining reaksiyalari	49
3.1. Grupp reagentining ta'siri	50
3.2. Alyuminiy kationining reaksiyalari	52
3.3. Xrom (III) kationining reaksiyalari	55
3.4. Temir (III) kationining reaksiyalari	57

3.5. <i>Temir (II) kationining reaksiyalari</i>	58
3.6. <i>Marganets kationining reaksiyalari</i>	60
3.7. <i>Rux kationining reaksiyalari</i>	62
3.8. <i>Kobalt kationining reaksiyalari</i>	65
3.9. <i>Nikel kationining reaksiyalari</i>	68
3.10. <i>Uchinchi grupp kationlari aralashmasining analizi</i>	70

IV BOB

4. <i>To'rtinchi grupp kationlarining reaksiyalari</i>	75
4.1. <i>Grupp reagentining ta'siri</i>	76
4.2. <i>Vismut kationining reaksiyalari</i>	80
4.3. <i>Mis kationining reaksiyalari</i>	82
4.4. <i>Simob (II) kationining reaksiyalari</i>	85
4.5. <i>Kadmiy kationining reaksiyalari</i>	87
4.6. <i>Mishyak (III) kationining reaksiyalari</i>	89
4.7. <i>Mishyak (V) kationining reaksiyalari</i>	90
4.8. <i>Surma (III) kationining reaksiyalari</i>	92
4.9. <i>Surma (V) ionlarining reaksiyalari</i>	94
4.10. <i>Qalay (II) kationining reaksiyalari</i>	94
4.11. <i>Qalay (IV) kationining reaksiyalari</i>	96
4.12. <i>To'rtinchi grupp kationlari aralashmasining analizi</i>	97
4.13. <i>Beshinchi grupp kationlarining reaksiyalari</i>	103
4.14. <i>Grupp reagentining ta'siri</i>	103
4.15. <i>Kumush kationining reaksiyalari</i>	104
4.16. <i>Simob (I) kationining reaksiyalari</i>	106
4.17. <i>Qo'rg'oshin kationining reaksiyalari</i>	108
4.18. <i>Beshinchi grupp kationlari aralashmasining analizi</i>	109

V BOB

5. <i>I-V grupp kationlari aralashmasining analizi</i>	112
5.1. <i>I-V grupp kationlari aralashmasi analizining ikkinchi ko'rinishi</i>	116
5.2. <i>Kislota-ishqorli klassifikatsiya</i>	116
5.3. <i>Birinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari va aralashmasining analizi</i>	118
5.4. <i>Ikkinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari va aralashmasining analizi</i>	118
5.5. <i>Uchinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari</i>	118
5.6. <i>Uchinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi</i>	118

5.7. To'rtinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari	120
5.8. To'rtinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi	120
5.9. Beshinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari	122
5.10. Beshinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi	122
5.11. Oltinchi analitik grupp kationlarining reaksiyalari	124
5.12. Oltinchi analitik grupp kationlari aralashmasining analizi	124
5.13. VI grupp kationlari aralashmasining analizi	125
5.14. Anionlarning reaksiyalari	129
5.15. Birinchi analitik grupp anionlarining reaksiyalari	129
5.16. Xlorid anionining reaksiyalari	130
5.17. Bromid anionining reaksiyalari	132
5.18. Yodid anionining reaksiyalari	133
5.19. Sulfid anionining reaksiyalari	135
5.20. Rodanid anionining reaksiyalari	137
5.21. Ferrosianid anionining reaksiyalari	138
5.22. Ferrisianid anionining reaksiyalari	139
5.23. Xlorat anionining reaksiyalari	141
5.24. Bromat anionining reaksiyalari	142
5.25. Nitrat anionining reaksiyalari	143
5.26. Nitrit anionining reaksiyalari	145
5.27. Atsetat anionining reaksiyalari	147
5.28. Birinchi analitik grupp anionlari aralashmasining analizi	148

VI BOB

6. Ikkinchi analitik grupp anionlarining reaksiyalari	154
6.1. Sulfat anionining reaksiyalari	155
6.2. Sulfit anionining reaksiyalari	156
6.3. Tiosulfat anionining reaksiyalari	158
6.4. Karbonat anionining reaksiyalari	160
6.5. Fosfat anionining reaksiyalari	161
6.6. Xromat anionining reaksiyalari	162
6.7. Oksalat anionining reaksiyalari	163
6.8. Silikat anionining reaksiyalari	164
6.9. Borat kislotalar anionlarining reaksiyalari	166
6.10. Ftorid anionining reaksiyalari	167
6.11. Ikkinchi analitik grupp anionlari aralashmasining analizi	168

VII BOB

7. Birinchi va ikkinchi gruppalar anionlari aralashmasining analizi	174
7.1. Kation va anionlar aralashmasining analizi	177
7.2. Noma'lum moddaNING analizi	179

VIII BOB

8. Organik moddalarning sifat reaksiyalari	184
8.1. Organik moddalarning sifat element analizi	184
8.2. Funktsional gruppalarni topish	186
8.3. Ayrim organik moddalarni topish	192
8.4. Ayrim polimerlar tarkibidagi geteroatomlarni topish	193
8.5. Ayrim polimerlarni topish	195
8.6. Polimerlar gruppalarining sistematik analizi	197

IX BOB

9. Miqdoriy analiz	199
9.1. Gravimetriya	199
9.2. Analitik kimyoda tarozilar	199
9.3. Miqdoriy analiz laboratoriyasida ishlash qoidalari	207
9.4. Bariy xlorid tarkibidagi kristallizatsiya suvining massa ulushini aniqlash	209
9.5. Sulfat ioni miqdorini aniqlash	211
9.6. Temir (III) miqdorini aniqlash	216
9.7. Kalsiy miqdorini aniqlash	218
9.8. Magniy miqdorini aniqlash	220
9.9. Dolomit tarkibidagi kalsiy va magniy miqdorlarini aniqlash	222
9.10. Nikel miqdorini aniqlash	225

X BOB

10. Titrimetriya	227
10.1. Titrimetrik analizda qo'llaniladigan asboblarni darajalash qoidalari	227
10.2. Kislota-asosli titrlash (protolitometriya)	233
10.3. Titrlash uchun eritmalar tayyorlash	234
10.4. Texnik preparat tarkibidagi kislotalarning massa ulushini aniqlash	238
10.5. Texnik natriy gidroksid tarkibidagi ishqor va sodaning massa ulushini aniqlash	240
10.6. Aralashmadagi natriy karbonat va natriy gidrokarbonatning miqdorlarini aniqlash	243

10.7. Ammoniy tuzlari tarkibidagi azot miqdorini aniqlash	245
10.8. Oksredmetriya	248
10.9. Permanganatometriya	249
10.10. Titrlash uchun eritmalar tayyorlash	249
10.11. Qotishma yoki ruda tarkibidagi temir miqdorini aniqlash	251
10.12. Oksalatlarni aniqlash	252
10.13. Nitritlarni aniqlash	253
10.14. Dixromatlarni aniqlash	254
10.15. Kalsiyni aniqlash	255
10.16. Yodometriya	256
10.17. Titrlash uchun eritmalar tayyorlash	257
10.18. Mis (II) ionini aniqlash	259
10.19. Qo'rg'oshinni aniqlash	260
10.20. Sulfitni aniqlash	260
10.21. Dixromatometriya	261
10.22. Kaliy dixromatning ishchi eritmasini tayyorlash	262
10.23. Temir (II) va temir (III) ionlarini aniqlash	263
10.24. Kompleksimetriya	264
10.25. Kompleksonometriya	264
10.26. Eritmadagi rux yoki boshqa kationlar miqdorini edta eritmasi yordamida aniqlash	266
10.27. Alyuminiy miqdorini komiileksonometrik aniqlash	267
10.28. Suvning qattiqligini aniqlash	268
10.29. Titrimetrik cho'ktirish usullari	269
10.30. Merkuometriya	269
10.31. Xloridlarni aniqlash	270
10.32. Ferrosianidometriya	271

II QISM

I BOB

1. Elektr kimyoviy analiz usullari	274
1.1. Potensiometriya	274
1.2. Laboratoriya ishlarini bajarish bo'yicha uslubiy ko'rsatmalar	275
1.3. Potensiometrlarda ishlash tartibi	276
1.4. Eritmaning pH qiymati va shisha elektrodning standurt potensialini aniqlash	277

1.5. Florid yoki natriy ionini ionometrik aniqlash	279
1.6. Kuchli kislota yoki asoslarni aniqlash	280
1.7. Borat kislotani suv va spirt eritmalarida aniqlash	282
1.8. Xlorid va fosfat kislotalari aralashmasining analizi	283
1.9. Yodni aniqlash	284
1.10. Temir (III) ionini aniqlash	286
1.11. Rux ionini cho'ktirish usuli yordamida aniqlash	289

II BOB

2. Konduktometriya	291
2.1. Konduktometrik asboblarda ishlash tartibi	292
2.2. Kuchli kislota yoki ishqorni aniqlash	293
2.3. Kuchsiz kislotani aniqlash	294
2.4. Kuchli ishqor va kuchsiz asos aralashmasini aniqlash	295
2.5. Yuqori chastotali konduktometriyada xarakteristik chiziqlarni tuzish	296
2.6. Sulfat kislotani aniqlash	297
2.7. Kuchsiz asoslarni aniqlash	298
2.8. Bariyni aniqlash	298
2.9. Xlorid, chumoli kislotasi va sirka kislotalar aralashmasini aniqlash	299

III BOB

3. Voltamperometriya	301
3.1. Voltamperometrik asboblarda ishlash tartibi	303
3.2. Kationlar aralashmasini aniqlash	307
3.3. Benzaldegidni aniqlash	309
3.4. Bromidni aniqlash	310
3.5. Qo'rg'oshin ionini aniqlash	311
3.6. Magniy va kalsiy ionlarini aniqlash	311
3.7. Chumoli va sirka kislotalar aralashmasini aniqlash	312
3.8. p-Fenilendiaminni aniqlash	313
3.9. Karbon kislotalarning xlorangidridlarini aniqlash	314

IV BOB

4. Kulonometriya	315
4.1. Mis miqdorini aniqlash	315
4.2. Temir (III) ionini ishchi elektrodning muayyan potensialida aniqlash	316

4.3. Butanol tarkibidagi suvni aniqlash	319
4.4. Kislotalarni aniqlash	320
4.5. Natriy tiosulfatni aniqlash	321
4.6. Ruxni elektr generatsiya qilingan ferrosianid yordamida aniqlash.....	323

VBOB

5. Spektroskopik analiz usullari	325
5.1. Atom spektroskopiyasi usullari	325
5.2. Atom-emission analiz	326
5.3. SL-13 stiloskopining tuzilishi va ishlash tartibi.....	330
5.4. Atomlarning chiqarish spektrlariga doir sifat analizi o'tkazish	336
5.5. Spektral chiziqlarning to'lqin uzunliklarini o'lchash	344
5.6. Temir spektrini suratga olish va o'rganish	348
5.7. Stiloskop shkalasini to'lqin uzunlik bo'yicha darajalash ...	351
5.8. Mis qotishmasini stiloskop yordamida yarim miqdoriy analiz qilish	353
5.9. Spektral chiziqlar intensivligini taqqoslash orqali po'lat tarkibidagi xromning yarim miqdoriy analizi	356
5.10. Spektral chiziqlar intensivligini taqqoslash orqali po'lat tarkibidagi marganetsning yarim miqdoriy analizi	358
5.11. Fotometrik pona yordamida yarim miqdoriy analiz	359
5.12. DFS-452 spektrografining tuzilishi va ishlash tartibi	361
5.13. Simob lampasining chiqarish spektrini o'rganish	366
5.14. PAJ-1 yoki PAJ-2 alanga fotometrining tuzilishi va ishlash prinsipi	367
5.15. Suvdagi natriyni aniqlash	379

VBOB

6. Molekular spektroskopiya	381
6.1. Spektrofotometriya	383
6.2. KFK-2 fotoelektrik kolorimetrining tuzilishi va ishlashi	383
6.3. Optizen III spektrofotometrining tuzilishi va ishlash tartibi	388
6.4. Elektron yutilish spektri yo'lagining asosiy kattaliklarini aniqlash.....	397
6.5. Eritmadagi temir (III) ionining konsentratsiyasini aniqlash.....	398

6.6. Pikrin kislotani aniqlash	402
6.7. Lantanni arsenazo III yordamida aniqlash	403

VII BOB

7. Refraktometriya	406
7.1. IRF-454 refraktometrining tuzilishi va ishlash tartibi	408
7.2. Sindirish ko'rsatgichi yordamida eritmaning konsentratsiyasini aniqlash	413
7.3. Organik moddalarning molekular refraksiyasini o'lchash	414

VIII BOB

8. Xromatografik analiz usullari	416
8.1. Xromatografiya texnikasi	416
8.2. O'simlik pigmentlarini Kolonkali adsorbsion xromatografik usulda ajratish	422
8.3. O'simlik pigmentlarini yupqa qavatli qog'oz xromatografyasi usulida ajratish	423
8.4. Meva va sabzavotlardagi askorbin kislotani topish	423
8.5. Limon va tamakidagi limon kislotani aniqlash	424
8.6. Kofe va choydagi kofeinni aniqlash	424
8.7. Sariyog' tarkibidagi moy kislotani aniqlash	425
8.8. Aminokislotalarni ajratish	425
8.9. Murakkab aralashmaning sifat tarkibini aniqlash	427
8.10. Murakkab aralashmaning sifat tarkibini Kovachning ushlanish indeksi bo'yicha aniqlash	427
8.11. Atsetofenon, benzoifenon va fenol aralashmasini ajratish jarayonining simpleks rejalashtirilishini maqbullashtirish	429
8.12. Ajratiladigan moddaning asosiy xromatografik xarakteristikalarini aniqlash	431
8.13. Yuqori haroratda qaynaydigan birikmalar analizi uchun past haroratli xromatografik kolonkaning maqbul kattaliklarini aniqlash	435
Foydalanilgan adabiyotlar	436