

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

O‘ZBEKISTON MILLIY UNIVERSITETI

Turabov N.T., Qutlimurotova N.H., Smanova Z.A.

ANALITIK KIMYO

*Oliy va o‘rta maxsus ta‘lim vazirligi tomonidan o‘quv qo‘llanma
sifatida tavsiya etilgan.*

(kimyo fakulteti 2-kurs talabalari uchun)

Toshkent 2019

UO‘K 543(075.8)

KBK 24.4ya73

T- 87

prof. k.f.n. N.T. Turabov, dots. k.f.n. N.H. Qutlimurotova, prof. k.f.d. Z.A.Smanova // Analitik kiyo [matn]: o‘quv qo‘llanma – Toshkent: “Noshir” nashriyoti, 2019. – 250 bet.

ISBN 978-9943-5484-5-9

O‘quv qo‘llanma amaldagi analitik kimyo fani bo‘yicha dastur asosida tuzilgan bo‘lib, kimyo fakulteti 2-kurs bakalavrlari uchun barcha laboratoriya mavzularini bajarishda asosiy qo‘llanma sifatida tavsiya etiladi. Qo‘llanma 3 ta bobdan iborat bo‘lib, sifat analizi, miqdoriy analiz va fizik-kimyoviy analiz usullari bo‘yicha ko‘plab laboratoriya ishlari yoritilgan. Talabalarni analitik kimyoning laboratoriya darslarida moddalarni sifat va miqdoriy analiz qilishni tez va oson usullarini qo‘llab real obyektlar analiziga qo‘llash mumkin.

Shuningdek, o‘quv qo‘llanmada test va nazorat savollari, vaziyatli masalalar hamda mavzu bo‘yicha pedagogik texnologiyalar kiritilgan.

Taqrizchilar:

k.f.d. Sh.A. Kadirova – O‘zMU kimyo fakulteti dekani

k.i.x., prof. T.A.Azizov – O‘zR FA UNKI

ISBN 978-9943-5484-5-9

© N.T. Turabov va boshqalar.

© “Noshir” nashriyoti 2019.

KIRISH

Analitik kimyo fani haqida tushuncha

Ma'lumki ilm-fan tarixini o'rganish olimni metodik usullar bilan qurollantiradi, tartib intizomni bilish ilmga bo'lgan muhabbatni mustahkamlaydi va muloqatga kiritadi. Hozirgi kun olimlarining ta'kidlashlaricha tarixni o'rganish ilm fanni rivojlantirishining asosi hisoblanadi. Vernadskiyning aytishicha, ilm tarixi yangi bilimlarni quroli hisoblanadi.

Analitik kimyoni o'rganish hayotni o'rganishni muhim zarurati, rivojlanish mexanizmi va bizni kutayotgan hodisalarning manbasi ham hisoblanadi. Analitik kimyo tarixi haqida bilish – juda ham qiziqarli mashg'ulot. Bu ishda turli olimlar faoliyatini misol qilish mumkin .

Maksvelning aytishicha, inson qachonki buyuk kashfiyotlar to'g'risida qiziqsa, ilm ularni qamrab oladi va inson ularni ochilishi to'g'risida izlanadi. Analitik kimyo, kimyoning muhim asoslaridan biri hisoblanadi, biz buni ko'plab tarixchilarning kimyoviy izlanishlarida ko'rimiz mumkin. Yangi elementlarni kashf etish – bu analitik masala. Elementlarni kashf etishda yadro-fizikaviy olimlari analitik kimyo olimlari usullarisiz aniqlolmasdi.

Analitik kimyo tarixida “kimyoviy analiz” terminini kiritgan ingliz olimi R.Boyl muhim o'rin egallaydi. Robert Boyl davridan XIX asrning birinchi yarmigacha analitik kimyo kimyoning asosiy qismi sanalgan.

Kimyoviy analiz terminini birinchi bo'lib, 1654-yilga yozilgan Klodiyoning asarida tilga olingan R.Boyl o'simlik ekstraktlaridan va hayvon to'qimasidan kislotalik va ishqoriylikni aniqlash uchun foydalangan. U ishqoriy eritmada fialka ekstrakti yashil rangga kirishini aniqlagan. Qadimgi davrlardan ma'lumki eman yong'og'i ekstrakti temir va mis yordamida bo'yalish hususiyati to'liq kuzatilgan, eritmadagi intensivlik metallning eritma bilan bog'liqligini ko'rsatib bergan. Ma'lumki, Boyl kristall holatdagi cho'kma tarkibini muhokama qilish vaqtida, u fraksiyali kristallashdan foydalangan. Boyl kimyoni tibbiyotdan aniq ajratib bergan.

Analitik kimyo fan sifatida XVII asrning oʻrtalaridan rivojlana boshladi. Bu fanning rivojlanishiga ingliz olimi R.Boyl (1627–1691) katta hissa qoʻshdi. U murakkab moddalarning kimyoviy jihatdan parchalanmaydigan tarkibiy qismi- kimyoviy element haqida tushunchani kiritdi, oʻzigacha maʼlum boʻlgan sifat reaksiyalarini maʼlum bir tizimga soldi va yangi sifat “hoʻl usul” bilan qilinadigan analizga asos soldi. R.Boyl tortma analizga asos soldi, fanga “analiz” degan atamani kiritdi.

M.V.Lomonosov (1711–1765) birinchi boʻlib kimyoviy tekshirishlarda mikroskopdan foydalangan. U 1749-yilda “Kristallarda burchaklar doimiyligi qonuni”ni ochdi. Rossiyada analizning mikrokristalloskopik usuli M.V. Lomonosov va T.Y. Lovisning mehnatlari tufayli yuzaga keldi. T.Y.Lovis (1757–1804) kristallarning shakliga koʻra, ularni identifikatsiyalash usullarini taklif etdi. Keyinchalik mikrokristalloskopik analiz usullari P.N.Axmatov, G.Dragendorf, Y. Bojiskiy, G.Berens va boshqalar tomonidan rivojlantirildi.

Rus olimi V. M. Severgin (1765–1826) analitik kimyoni qator yangi reaksiyalar va analizning samarali usullari bilan boyitdi. U kalorimetrik analizning asoschisi hisoblanadi.

Miqdoriy analiz XIX asrdan boshlab jadal surʼatlar bilan rivojlana boshladi. Bu sohadagi katta xizmatlar I.Y.Berselius va Y. Libixga tegishlidir.

XIX asrning 20-yillarida J.Gey-Lyussak miqdoriy analizning hajmiy usulini yaratdi. R.Bunzen va G.Kirxgof XIX asrning oʻrtalarida spektral analizni ishlab chiqdilar.

Rus kimyogari D.I.Mendeleyev tomonidan kimyoviy elementlar davriy qonunining ochilishi va bu qonun asosida elementlar davriy sistemasining yaratilishi analitik kimyo fanining rivojlanishiga beqiyos hissa qoʻshdi. Kimyoviy elementlar davriy sistemasi asosida atomning tuzilish nazariyasi rivojlantirildi. U yangi sifat reaksiyalarini ochish, shuningdek, aniqlash usullarini yaratish uchun elementlarning xossalardagi oʻxshashliklardan foydalanish imkonini berdi.

D.I.Mendeleyevning zamondoshi N.A.Menshutkin vodorod sulfid usuli boʻyicha kationlarni analitik gruppalariga boʻlishni taklif etdi.

Analitik kimyo fanining rivojlanishida 1871-yilda N.A.Menshutkin tomonidan yozilgan “Analitik kimyo” darsligi katta rol o‘ynadi. M.A.Ilinskiy va L.A.Chugayevlar birinchi bo‘lib, kimyoviy tekshirishlarda organik reaktivlarni qo‘llab, analitik kimyo fanining rivojlanishiga o‘zlarining salmoqli hissalarini qo‘shdilar.

N.A.Tananayev fanga juda oddiy va iqtisodiy jihatdan tejamkor tomchi usuli bilan analiz qilishni kiritdi. S. Arrenius tomonidan 1887-yilda elektrolitik dissotsialanish nazariyasining ishlab chiqilishi analitik kimyo fanining rivojlanishiga katta turtki bo‘ldi.

1922-yilda Y.Geyrovskiy tomonidan polyarografik analiz usuli ishlab chiqildi. I.P. Alimarin tekshiriladigan obyektlar tarkibida eng kam miqdordagi aralashmalarni ion almashinish va taqsimlanish xromatografiyasi usullari yordamida aniqlashga muvassar bo‘ldi.

Analitik kimyoda sistematik analiz oxirgi vaqtlarda katta ahamiyat kasb etgan. Agar sifat analizi tarixiga nazar tashlasak, R.Boyl Sn va Pb ni topishda H_2S ni reagent sifatida birinchi bo‘lib qo‘llagan. Bergmann ham H_2S ni muhim reagent sifatida ko‘plab metallarni aniqlashda qo‘llagan. Bu yo‘nalishda ko‘plab kimyogorlar ishlagan jumladan Gey-Lyussak ham. Alohida sifat analizlariga o‘rta asrda tajriba orttirilgan, masalan, bunga misol qilib, yodning kraxmal bilan reaksiyasi (Shtromayer), fosforni molibdatlardan (Svanberg) ajratishni keltirish mumkin. H_2S ning zamonaviy sifat analizini sxemasi Groze va Frezeniuslarning ishlarida ko‘rinadi.

Yuqoridagi keltirilgan dalillarga tayanib, moddalarni tarkibini aniqlash usullari analitikada sifat analizini aniqlashning muhim omili sanaladi. Modomiki, analiz asosan, eritmada amalga oshiriladi, shuning uchun, sifat analizining amaliyoti kation va anionlarga bog‘liq. Sifat analizida ularni aniqlash bo‘lib-bo‘lib aniqlash va sistematik aniqlash usullariga asoslanadi.

Sistematik analiz ionlarni aralashmadan maxsus reaksiyalar bilan guruhlariga kation va anion guruhchalariga shu guruh ichida alohida ionlar bilan maxsus reaksiyalar o‘tkazish orqali aniqlanadi.

Hozirgi kunda sifat analizini amalga oshirishda amaliyotga ko‘plab usullar kiritilgan: vodorod sulfidli, kislota asosli, ammiak fosfatli, tioatsetamidli, bioftolatli va boshqa usullar. Lekin, asosan,

kislota asosli usul ko'plab qo'llaniladi. Ushbu usullarning har biri kationlarni guruhga bo'lishda o'zining klassifikatsiyasiga ega.

Bo'lib-bo'lib analiz qilish metodi, bitta kationni alohida maxsus reaksiya bilan aniqlanadi. Sistematik analizdan farqli jihati bunda eritmadan alohida qism olib aniqlanadi. Reaksiya quruq va ho'l usullarda amalga oshiriladi. Ho'l usulda modda eritma holatiga o'tqazilib reaksiya amalga oshiriladi. Quruq usulda sifat analizi huddi yordamchi usuldek amalga oshiriladi. Moddani tekshirishda uning alangani bo'yashi, uchuvchanligi, maxsus hid ajralishi xususiyatlari hisobga olinadi.

Biror analitik reaksiyani o'tkazishda shu reaksiyaga sharoit yaratilishi zarur, aks holda, reaksiya natijasi shubhali bo'ladi. Masalan kislotalarda eriydigan cho'kmalar, eritmada ortiqcha kislota bo'lganda ajralib chiqmaydi. Xuddi shuningdek ishqorda eriydigan cho'kmalar ishqoriy muhitda cho'kmaydi. Agar cho'kma ham kislota ham ishqorda erisa u faqat neytral muhitda hosil bo'ladi.

Bundan ko'rinib turibdiki, reaksiyalarni amalga oshirishning eng muhim shart-sharoitlaridan biri shu eritmaning muhitidir.

Ikkinchi muhim sharoit eritmaning temperaturasidir. Temperaturaning ko'tarilishi bilan eruvchanlik ortadi. Ba'zi reaksiyalar isitilganda amalga oshadi.

Reaksiya borishining uchinchi sharti aniqlanuvchi modda miqdori yetarlicha katta bo'lishi. Eritmadagi ion miqdori eruvchanlikdan katta bo'lganda cho'kma tushishi mumkin.

Reaksiya qancha sezuvchan bo'lsa, ayni sharoitda, shuncha kam modda aniqlanadi. Reaksiya sezuvchanligining miqdori uning minimum konsentratsiyasi va miqdori bilan aniqlanadi. Aniqlanayotgan minimum – moddaning absolut miqdori, u shu reaksiyada yana aniqlanishi mumkin. Moddaning miqdori mg da aniqlanadi va million ulushda, moddaning minimal konsentratsiyasi moddadan qancha minimum miqdorda qo'shilganda, ijobiy natija berishini ko'rsatuvchi miqdor u massa bilan aniqlanadi.

Talabalar sifat analizi amaliyotida kation va anionlarni ajratish va aniqlash usullarini o'rganadilar. Kation va anionlarni aniqlashda, asosan, qo'llanmalardan foydalaniladi. Ushbu kitobda sifat analizi qismida kationlarni klassifikatsiyalashda kislota asosli usul bayon

etiladi. Chunki, bu analiz usuli boshqa usullarga nisbatan bir qator afzalliklarga ega: oddiy, qimmatbaho reaktivlar talab qilinmaydi, bajarilishi oson. Uslubiy jihatdan moddalarni aniqlashda xloridlar, sulfatlar, gidroksidlar va ammiakli birikmalar hosil qilinadi.

Analiz qilishda avval moddaning sifat tarkibi aniqlanadi, ya'ni u qanday elementlar, ionlar yoki funksional gruppalaridan tarkib topganligi aniqlanadi. So'ngra moddaning miqdoriy tarkibi aniqlanib, shu moddada topilgan elementlar, ionlar yoki funksional gruppalar qanday miqdoriy nisbatlarda ekanligi bilib olinadi.

Modda yoki aralashma qanday elementlar, ionlar yoki funksional gruppalaridan iborat ekanligini aniqlash sifat analizining vazifasidir.

Tekshiriladigan modda yoki aralashma tarkibidagi elementlar, ionlar yoki funksional gruppalarining miqdori, miqdoriy analiz orqali bilib olinadi.

Sifat analizi odatda, miqdoriy analizdan oldin bajariladi, chunki miqdoriy analiz usullarini tanlash tekshiriladigan obyekt tarkibidagi elementlar yoki ionlarning qanday holatda ekanligiga bog'liq bo'ladi. Ikkinchi tomondan sifat analizida tekshiriladigan modda yoki aralashma tarkibidagi ayrim komponentlarning miqdori oz yoki ko'pligi to'g'risida xulosa chiqariladi.

Tekshiriladigan obyekt tarkibidagi elementlar va ularning miqdori to'g'risida xulosa chiqarishga yordam beradigan analiz usuli elementar analiz, obyekt tarkibidagi funksional gruppalarni bilishga imkon beradigan analiz usuli funksional analiz, obyekt tarkibidagi individual moddalar to'g'risida ma'lumot beradigan analiz usuli molekular analiz deyiladi.

Ko'pgina ilmiy tekshirishlarda kimyoviy analiz usullaridan foydalaniladi. Biologiya, geologiya, ekologiya, tibbiyot, farmat-siya, tibbiy profilaktika, laboratoriya diagnostikasi, agronomiya, veterinariya, og'ir sanoat, yengil sanoat, oziq-ovqat sanoati va boshqa sohalarda, shu sohalarga xos bo'lgan obyektlar: o'simliklar, tog' jinslari, ma'danlar, suv, havo, qon, siydik, me'da shirasi, dorivor moddalar, oziq-ovqatlar, ishlab chiqarish mahsulotlari, tuproq, odam va hayvonlar organizmidagi o'zgarishlarni tekshirishda kimyoviy analiz usullari keng qo'llaniladi.

I BOB **SIFAT ANALIZI**

KIMYOVIY SIFAT ANALIZINING ASOSIY **TUSHUNCHALARI**

Analitik reaksiya – elementning borligidan dalolat beruvchi, tashqi analitik samara bilan boradigan reaksiyalar.

Reagent – aralashmadagi ion (modda)ni ochib beruvchi reaktiv.

Maxsus reaksiyalar – tashqi samarasi (belgisi) murakkab aralashmadagi faqat bir ion (molekula)ga xos bo‘lgan analitik reaksiya.

Selektiv reaksiyalar – tashqi belgisi ayrim ionlargagina xos bo‘lgan analitik reaksiyalar.

Guruh reaksiyalari – tashqi belgisi bir guruh ionlari uchun xos bo‘lgan analitik reaksiyalar bo‘lib, tegishli reagent guruh reagenti deb ataladi.

Analitik reaksiyalarning sezgirligi – aniqlanuvchi ionning ochilishi mumkin bo‘lgan minimal miqdori, to‘rtta o‘zaro bog‘langan o‘lchamlar bilan tavsiflanadi.

Ochish minimumi – m (mkg) chegaraviy suyultirilgan eritmaning minimal hajmida ochilishi mumkin bo‘lgan modda (ionning) minimal massasi (mikrogrammlarda ifodalanadi $1 \text{ mkg} = 10^{-6} \text{ g}$)

Minimal hajm – ion (modda)ning ayni reaksiya bilan ochilishi mumkin bo‘lgan, chegaraviy suyultirilgan eritmaning hajmi (V_{\min})

Chegaraviy konsentratsiya (V_{lim}) – ayni reaksiya vositasida ochilishi mumkin bo‘lgan ionni g/sm^3 birlikda ifodalangan minimal konsentratsiyasi.

Suyultirish chegarasi (W) – tarkibida 1g aniqlanuvchi ion tutgan, chegaraviy suyultirilgan eritmaning hajmi (sm^3/g birlikda ifodalanadi).

Sezgirlikni to‘rttala o‘lchami quyidagicha uzviy bog‘langan:

$$m = C_{\text{lim}} \times V_{\min} \times 10^6 = V_{\min} \times 10^6 / V_{\text{lim}}$$

SIFAT TAHLILI USULLARINING TASNIFI

Analitik reaksiyalarni bajarishda ishlatiladigan moddaning miqdoriga qarab, sifat analizi quyidagilarga bo‘linadi:

Oldingi nomlanish	Yangi nomlanish	Olingan modda miqdori	
		g	ml
Makroanaliz	Gramm – usul	1 – 10	10 – 100
Yarimmikroanaliz	Santigramm-usul	0,05 – 0,5	1 – 10 ⁻²
Mikroanaliz	Milligramm-usul	10 ⁻³ – 10 ⁻⁶	0,1 – 10 ⁻⁴
Ultramikroanaliz	Mikrogramm-usul	10 ⁻⁶ – 10 ⁻⁹	10 ⁻⁴ – 10 ⁻⁶
Submikroanaliz	Nanogramm-usul	10 ⁻⁹ – 10 ⁻¹²	10 ⁻⁷ – 10 ⁻¹⁰
Subultramikroanaliz	Pikogramm-usul	10 ⁻¹²	10 ⁻¹⁰

Analitik kimyodagi sifat analizining vazifasi modda va aralashmalarning sifat tarkibi, ya'ni tekshirilayotgan obyekt qanday elementlar, ionlar va funksional gruppalardan iboratligini aniqlashdan iborat.

Sifat analizini o‘tkazish uchun moddalarning turli xil miqdori bilan ishlash mumkin. Analitik reaksiyalarni bajarishda ishlatiladigan moddaning miqdoriga qarab sifat analizi makro-, mikro-, yarimmikro-, submikro, subultramikro- usullarga bo‘linadi.

Makroanalizda moddaning nisbatan ko‘proq (0,5–10,0 g) miqdori yoki bu modda eritma holida bo‘lsa, uning 10–100 ml hajmi tekshiriladi. Reaksiyalar sig‘imi 10–20 ml.li probirkalarda, kimyoviy stakanlar va kolbalarda o‘tkaziladi. Cho‘kmalar eritmadan qog‘oz filtrlar yordamida filtrlanib, eritmadan ajratib olinadi.

Mikroanalizda moddaning makroanalizdagiga qaraganda taxminan 100 marta kam miqdori, ya'ni qattiq moddaning bir necha milligramm yoki eritma millilitrining bir qismi tekshiriladi. Bunda tekshirilayotgan modda tarkibidagi element yoki ionlarning har birini, ular, hatto, juda oz miqdorda bo‘lganda ham, aniqlashga imkon beradigan juda seziluvchan reaksiyalardan foydalaniladi. Reaksiyalar mikrokristalloskopik yoki tomchi usulida bajariladi.

Mikrokristalloskopik usul bilan analiz qilishda reaksiyalar odatda, shisha plastinka ustida o'tkaziladi va hosil bo'layotgan kristallar shaklini mikroskop ostida ko'rib, izlanayotgan ion (element) ning bor yoki yo'qligi haqida xulosa chiqariladi.

Tomchi usulida eritmaning rangi o'zgaradigan yoki rangli cho'kmalar hosil bo'ladigan reaksiyalar qo'llaniladi. Reaksiyalar ko'pincha filtr qog'ozi ustida o'tkaziladi. Bunda tekshirilayotgan eritma va reaktivlar ma'lum tartibda tomiziladi. Reaksiya natijasida qog'ozda rangli dog' hosil bo'ladi va uning rangiga qarab, tekshirilayotgan eritma tarkibida izlanayotgan ion bor yoki yo'qligi aniqlanadi.

Yarim mikroanaliz makro- va mikroanaliz o'rtasida oraliq holatni egallaydi. Bu usul tekshirilayotgan modda miqdori makroanalizda ishlatiladigan modda miqdorining taxminan 1/100 qismini tashkil qiladi. Bu miqdor qattiq moddaning taxminan 50 milligrammiga yoki eritmaning 1 millilitriga to'g'ri keladi.

Yarim mikroanaliz makroanalizga qaraganda bir qancha afzalliklarga ega bo'lib, makroanalizdagidek ishonchli natijalar beradi.

Ultramikroanalizda moddaning 1 mg dan kam miqdori tekshiriladi. Bunday analiz mikroskop ostida o'tkaziladi.

Sifat analizining tekshirish usullari. Sifat analizida fizik, fizik-kimyoviy, kimyoviy usullardan foydalaniladi.

Fizik analiz tekshirilayotgan moddaning fizik xossalarini o'rganishga asoslangan. Unga spektral analiz, rentgen struktura analizi, mass-spektroskopiya kabi usullar kiradi.

Fizik-kimyoviy tekshirishda reaksiyalarning borishi haqida fikr yuritish moddalar va eritmalarning fizik-kimyoviy xossalarini aniqlashga asoslangan.

Spektrofotometriya, polyarografiya, xromatografiya va boshqalar bu usulga misol bo'ladi.

Kimyoviy usullarda tekshiriladigan moddaning kimyoviy xossalaridan foydalaniladi.

Yarim mikroanaliz bir qator afzalliklarga ega:

- a) kam miqdordagi reaktivlarning ishlatilishi;
- b) sentrifugalashni filtrlash bilan almashtirish;
- v) kichik hajmli idishlardan foydalanish;

- g) maxsus reaktiv (dimetilglioqsim, α -nitroza- β -naftol)lardan foydalanish;
- d) analizni tez bajarilishi;
- e) laboratoriya havosining ifloslanmasligi.

Analitik reaksiyalarning bajarilish usullari

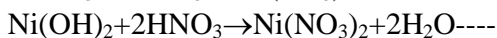
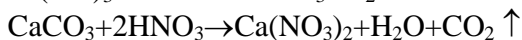
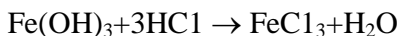
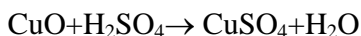
Analitik reaksiya “quruq” va “ho‘l” usullar bilan o‘tkazilishi mumkin. Quruq usulda tekshiriladigan modda va reaktivlar qattiq holatda olinadi va reaksiya qizdirish yo‘li bilan amalga oshiriladi.

Masalan: metal tuzlarining alangani bo‘yashi, natriy tetraborat (bura) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ yoki natriy ammoniy gidrofosfat $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ lar ba’zi metallarning tuzlari bilan qorishtirilganda rangli marvarid (shisha) hosil bo‘ladigan reaksiyalar quruq usul bilan o‘tkaziladigan reaksiyalar qatoriga kiradi.

Rangli shisha hosil qilish va alangani bo‘yash usullari pirokimyoviy usullar deb ataladi.

Eritmalarda o‘tkaziladigan moddaning analizi ho‘l usul bilan qilinadigan analiz deyiladi. Bunda tekshiriladigan modda oldindan eritilgan bo‘lishi kerak. Odatda, erituvchi sifatida suv ishlatiladi. Agarda, modda suvda erimasa, kislotalarda eritiladi. Kislotada eritilgan modda kimyoviy o‘zgarishga uchrab suvda oson eriydigan birorta tuzga aylanadi.

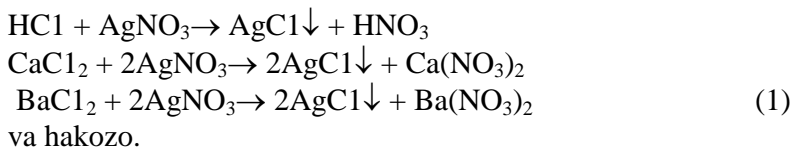
Masalan:



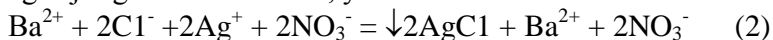
Anorganik moddalarni analiz qilishda ko‘pincha tuzlar, kislotalar, asoslarning suvdagi eritmaları bilan ish ko‘riladi. Ma’lumki, bu moddalar elektrolitlardir, ya’ni ular suvdagi eritmalarida ionlarga dissotsialangan bo‘ladi. Shu sababli “ho‘l” usul bilan o‘tkaziladigan reaksiyalar odatda, oddiy yoki murakkab ionlar o‘rtasida boradi, binobarin bu reaksiyadan foydalanib, to‘g‘ridan-to‘g‘ri elementlarni emas, balki ular hosil qilgan ionlari topiladi,

topilgan ionlarga qarab tekshiriladigan moddada tegishli elementlar borligi haqida xulosa chiqariladi.

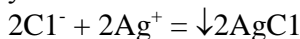
Masalan: HCl yoki xloridlarning eritmasidan xlor ionini topish uchun AgNO₃ ta'sir ettiriladi. Bunda suzmasimon oq cho'kma AgCl hosil bo'ladi. Cho'kmaga qarab xlor ionining borligi aniqlanadi.



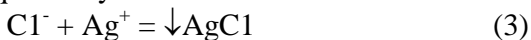
Cho'kmadan tashqari tuzlarning hammasi eritmalarda tegishli ionlarga ajralgan holda bo'ladi, ya'ni:



Tenglamaning ikkala tomonidagi bir xil ionlarni reaksiya tenglamasidan tushirib qoldirilsa, unda reaksiya tenglamasi quyidagi ko'rinishda yoziladi:



Tenglamaning ikkala tomonini bir xil songa qisqartirish mumkin bo'lgan hollarda qisqartiriladi, masalan, yuqoridagi reaksiya tenglamasini ikkiga qisqartirib yoziladi:

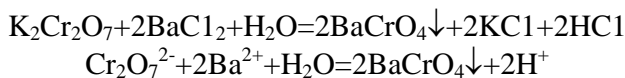


(1)-reaksiyaning molekular tenglamasi, (2)-reaksiyaning molekular ionli tenglamasi, (3)-reaksiyaning molekular-ionli qisqartirilgan tenglamasi.

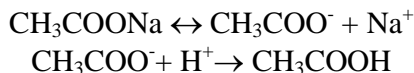
Analitik reaksiyalarni amalga oshirishning shart-sharoitlari

Analitik reaksiyalarni o'tkazish uchun ma'lum bir shart-sharoit bo'lishi kerak. Masalan, kislotalarda eriydigan cho'kmalar, eritmada erkin holatdagi kislota ortiqcha bo'lganda ajralib chiqmaydi, xuddi shuningdek, ishqorda eriydigan cho'kmalar ishqoriy muhitda cho'kmaydi. Agar cho'kma kislotalda ham, ishqorda ham erisa, uni faqat neytral muhitda hosil qilish mumkin va hokazo. Bu misollardan ko'rinib turibdiki, reaksiyalarni amalga oshirishning eng muhim shart-sharoitlaridan biri, shu reaksiya uchun zaruri

muhit bo‘lib, uni kerak bo‘lgan taqdirda, eritmaga kislota, ishqor yoki boshqa biror reaktivlardan qo‘shib vujudga keltirish mumkin. Masalan:



hosil bo‘lgan BaCrO₄ kuchli kislotalarda eriydi, sirka kislotada esa erimaydi. Bu yerda reaksiyaning o‘zida kuchli kislota hosil bo‘lishi sababli reaksiya oxirigacha bormaydi. Ammo eritmaga K₂Cr₂O₇ dan tashqari CH₃COONa ham qo‘shilsa, Ba²⁺ ni to‘la cho‘ktirish mumkin, shunda kuchli kislota o‘rniga kuchsiz kislota CH₃COOH hosil bo‘ladi.



Ikkinchi bir muhim sharoit eritmaning haroratidir. Haroratning ko‘tarilishi bilan eruvchanligi ortib ketadigan cho‘kmani issiq holatdagi eritmalardan hosil qilish yaramaydi, bunday reaksiyalarni “uy haroratida” ba‘zan esa sovitib o‘tkazish kerak bo‘ladi. Ba‘zi reaksiyalar faqat, qizdirilganda boradi.

Reaksiya borishining muhim shart-sharoitlaridan yana biri, eritmada topiladigan ionning konsentratsiyasi yetarli darajada katta bo‘lishidir; uning konsentratsiyasi juda oz bo‘lsa, reaksiya chiqmay qoladi. Buning sababi shundaki, har qanday moddaning eritmadagi konsentratsiyasi uning ayni sharoitdagi eruvchanligidan ortiq bo‘lgandagina, shu modda cho‘kmaga tushadi.

Analitik reaksiyalarning sezgirli va o‘ziga xosligi

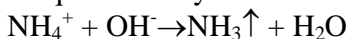
Agar modda qiyin eriydigan bo‘lsa, topiladigan ionning konsentratsiyasi nihoyatda oz bo‘lganda ham cho‘kma tushsa, bunday reaksiyalar **seziluvchan** reaksiyalar deyiladi.

Reaksiyaning seziluvchanligi, miqdoriy jihatdan bir-biriga bog‘langan ikkita ko‘rsatkich – topilish minimumi va suyultirish chegarasi bilan xarakterlanadi. Topilish minimumi, modda yoki ionning reaksiyaga muayyan shart-sharoitlarda o‘tkazilganida topilishi mumkin bo‘lgan eng kam miqdoridir. Modda (ion) ning

shu reaksiya yordamida topilishi mumkin bo'lgan eng kam konsentratsiyasi **su'yultirish chegarasi** deyiladi.

Reaksiyalarning seziluvchanligi bilan bir qatorda ularning o'ziga xosligi ham juda katta ahamiyatga ega.

Bir ion boshqa ionlar bilan aralashgan holatda bo'lganda ham, uni tajriba sharoitida ajratmasdan turib to'g'ridan-to'g'ri aniqlashga imkon beradigan reaksiya, o'sha ion uchun xos (spetsifik) reaksiya deyiladi. Bunga ishqor ta'sirida qizdirilganda, hidi va boshqa xossalardan ammiak ajralib chiqayotganligi osongina bilinadigan NH_4^+ ni aniqlash reaksiyasini misol keltirish mumkin.



Ammoniy tuzlarigina bunday sharoitda ammiak hosil qiladi. Shuning uchun ishqor bilan olib borilgan reaksiya NH_4^+ ionini topish uchun xos reaksiyadir.

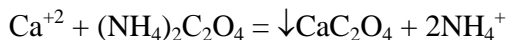
Analitik kimyoda tekshirilayotgan ion bir necha ionlar bilan o'xshash natija beradigan reaksiyalar ham uchraydi. Bunday reaksiyalarga tanlab ta'sir etuvchi yoki selektiv reaksiyalar deyiladi.

Reaksiya ijobiy natija beradigan ionlar soni qancha kam bo'lsa, reaksiyaning selektivlik darajasi shuncha yuqori bo'ladi.

Eritmani bo'lib-bo'lib va sistematik analiz qilish

Aniqlanishi kerak bo'lgan ionlarni spetsifik reaksiyalardan foydalanib tekshirilayotgan eritmaning alohida ulushlaridan bevosita aniqlash, **bo'lib-bo'lib analiz qilish** deyiladi. Lekin hamma ionlar uchun spetsifik reaksiyalar yo'q. Ayrim ionlar ikkinchisini topishga halaqit beradi. Masalan, Ba^{2+} ionni Ca^{2+} ni topishga halaqit beradi. Bunday hollarda har bir alohida ionni ma'lum ketma-ketlikda aniqlash reaksiyalarini ishlab chiqishga to'g'ri keladigan usuldan foydalaniladi. Bunday usulni sistemali analiz qilish usuli deyiladi. Bunda, har bir ionni topishdan oldin uning topilishiga halaqit beradigan boshqa hamma ionlar oldindan topiladi va eritmada ajratiladi, yoki niqoblovchi reagentlar yordamida halaqit berish darajasi yo'qotiladi. Yuqoridagi misolni olsak, agar eritmada Ba^{2+} va Ca^{2+} ionlari bo'lsa, Ba^{2+} ionini to'liq cho'ktirib, cho'kmani sentrifugalab ajratib tashlanadi. Buning

uchun Ba^{2+} ioniga xos reaksiya, $K_2Cr_2O_7$ bilan sariq cho‘kmani hosil bo‘lishidan foydalaniladi. Cho‘kmadan ajratib olingan eritmaga yana ozgina reagent qo‘shiladi. Agar, cho‘kma qaytadan hosil bo‘lmasa, eritmada Ba^{2+} ion qolmagan bo‘ladi va undan Ca^{2+} ionini $(NH_4)_2C_2O_4$ ta‘sirida topish mumkin. Oq CaC_2O_4 cho‘kmaning hosil bo‘lishi, endi eritmada Ca^{2+} ion borligini bildiradi.



Demak, sistematik analiz qilishda ayrim ionlarni topish reaksiyalari bilan bir qatorda, ularni bir-biridan ajratish reaksiyalarini o‘tkazishga to‘g‘ri keladi. Ajratish reaksiyalarida, ko‘pincha ajratilayotgan ionlar hosil qiladigan, o‘xshash birikmalarning eruvchanligi bir-biridan farq qilishidan foydalaniladi. Masalan, Ba^{2+} ionini Ca^{2+} ionidan ajratish. $BaCrO_4$ va $CaCrO_4$ eruvchanlik ($\mathcal{E}K_{BaCrO_4} = 2,3 \cdot 10^{-10}$, $\mathcal{E}K_{CaCrO_4} = 2,3 \cdot 10^{-2}$) larining har xilligiga asoslangan va hakoza.

Sifat analizida ishlatiladigan asbob-uskunalar va idishlar

Laboratoriya amaliyotida sifat reaksiyalarini yarimmikrousul bilan amalga oshirish katta qulayliklarga ega.

Yarimmikrousul bilan ishlaganda laboratoriyada quyidagi asbob-uskunalar bo‘lishi lozim:

Kimyoviy reaktivlar eritmasi solingan flakonchalar uchun shtativ; probirkalar uchun shtativ; halqali chinni uchburchak; asbest to‘r; probirka tutqich; halqali va tutqichli metall shtativ; sentrifuga probirkalari; silindsimon probirkalar; pipetkalar; shisha tayoqchalar; diametri 3–5 sm bo‘lgan chinni kosacha; qopqoqli chinni tigel; voronka, yuvgich, buyum shishalari, idish yuvadigan cho‘tki; suv hammomi, sentrifuga; mufel pechi; quritish shkafi; probirka isitgich; spirt lampasi yoki gaz gorelkasi.

Yarimmikroanalizda bajariladigan eng muhim jarayonlar va ularni bajarish tartibi

Isitish. Ma'lumki, ko'pgina reaksiyalar isitilganda boradi. Kichkina probirkalarga solingan eritmalarni to'g'ridan-to'g'ri ochiq alangada qizdirish mumkin emas. Chunki hosil bo'ladigan bug' idishdagi suyuqlikni butunlay otib yuborishi mumkin. Shuning uchun probirka ichidagi suyuqlik maxsus probirka isitgich, spirt lampasi, gaz gorelkasi yordamida yoki suv hammomida isitiladi.

Bug'latish. Eritmalarning konsentratsiyasini oshirish yoki suvni to'liq bug'latish uchun, ular chinni kosacha yoki tigellarda bug'latiladi. Bu ishni suv yoki qum hammomida, gaz gorelkasi ustidagi sim to'r yoki asbest qog'ozi ustida amalga oshirish lozim.

Cho'ktirish. Cho'ktirish ko'pincha sentrifuga probirkasida olib boriladi. Probirkaga tekshirilayotgan eritmadan bir necha tomchi solinadi va lozim bo'lsa, probirka isitgich yoki suv hammomida isitiladi. Shundan keyin ko'rsatilgan miqdorda pipetka yordamida reaktiv tomzilatiladi. Yarim mikroanalizda qo'llaniladigan kichik probirkalarda eritmalar yomon aralashadigan bo'lganidan reaktiv tomchilarini qo'shish bilanoq, probirkadagi eritmani shisha tayoqcha bilan yaxshilab aralashtirish kerak. Reaktivning har bir tomchisi qo'shilganda aralashtirilsa, yanada yaxshi bo'ladi. Shunday qilinganda hosil bo'ladigan cho'kma kristallari nihoyatda sekin o'sib ancha yiriklashadi, sentrifugalganda eritmadan yaxshi ajraladi hamda sathi kichik bo'lganidan eritmadan begona moddalarni kamroq adsorbsiyalaydi.

Agar tushadigan cho'kma kolloid eritma hosil qila oladigan bo'lsa, uning yaxshi koagulatsiyalanishi uchun probirkadagi suyuqlikka reaktiv qo'shilgandan keyin uni yana bir necha minut suv hammomida isitilishi lozim.

Sentrifugalash. Makroanalizda cho'kmalarni eritmalardan ajratish uchun filtrlanadi, yarimmikroanalizda ko'pincha sentrifugalanadi. Sentrifugada markazga intilma kuch cho'kma zarrachalarini probirka tubiga to'playdi, buning natijasida cho'kma probirkaning toraytirilgan qismida zich qavat hosil qilib tez yig'iladi va eritma (sentrifugat) butunlay tiniq bo'lib qoladi.

Eritmani bir idishdan ikkinchi idishga olish. Sentrifugalash tamom bo'lgach, eritma pipetka yordamida boshqa idishga olinadi. Pipetkaning rezina naychasini barmoqlar orasida qisib turib, cho'ziq uchi eritmaga chuqurroq botiriladi (probirka tubidagi cho'kmaga tegmasin!), qisib turilgan rezina naychani sekin-asta bo'shatib, eritma pipetkaga olinadi. So'ngra pipetkani suyuqlikdan chiqarib olib, undagi suyuqlik tegishli probirkaga solinadi. Shundan keyin, agar lozim bo'lsa, bu ish yana takrorlanadi. Probirkadagi suyuqlik juda oz bo'lgan taqdirda, uni cho'kmadan ajratish uchun uchi ingichka (kapilyar) qilib cho'zilgan, rezina kiygizilmagan shisha naychadan foydalangan ma'qul. Bunda probirkani qiyshaytirib ushlab, kapilyar uchi suyuqlikka sekin botiriladi va suyuqlik kapilyar kuchi ta'sirida naychaga kiradi.

Filtrlash. Ba'zan sentrifugalash kutilgan natijani bermaydi, bunday hollarda eritmani filtrlashga to'g'ri keladi. Eritmalarni turlicha filtrlash mumkin. Ko'pincha eritmalar filtr qog'ozi orqali filtrlanadi. Byuxner yoki Shott voronkasi orqali eritmalarni vakuumda filtrlash yaxshi samara beradi va vaqtni kam oladi.

Cho'kmani yuvish. Eritmadan ajratilgan cho'kma hali nam bo'lib, unga eritmada bo'lgan ionlar adsorbsiyalangan bo'ladi. Ionlarni to'liq ajratib olish uchun cho'kmani tajriba olib borilgan probirkaning o'zida yuvish kerak. Buning uchun sentrifugatdan ajratib olingan cho'kmaga 1–1,5 ml distillangan suv yoki yuvish uchun ishlatiladigan suyuqlikdan quyib, shisha tayoqcha bilan yaxshilab aralashtiriladi.

So'ngra hosil qilingan aralashma sentrifugalanib, sentrifugat pipetka yordamida ajratib olinadi.

Reaksiyalarni bajarish. Hamma reaksiyalar kimyoviy toza idishlarda o'tkaziladi.

Probirkada bajariladigan reaksiyalar. Yarim mikroprobirkalar (probirkalar)da bajariladi. Probirkaga 3–5 tomchi tahlil qilinuvchi eritma solib, tegishli muhit hosil qilingach, ustiga probirka devorlariga tegizmasdan 2–3 tomchi reagent qo'shib, shisha tayoqcha bilan aralashtiriladi, 1–2 min. so'ng tashqi samara (belgi) kuzatiladi.

Mikrokristalloskopik reaksiyalar – yog‘sizlantirilgan (yog‘sizlantirish uchun spirt va efir aralashmasi ishlatiladi) buyum oynasida bajariladi. Buyum oynasiga shisha tayoqcha bilan tahlil qilinuvchi eritmadan bir tomchi qo‘shilib, yoniga bir tomchi reagent joylashtiriladi. So‘ngra ikkala tomchi shisha tayoqcha yordamida birlashtiriladi. Zarur bo‘lsa, eritma bir oz bug‘latiladi. Agar reaktiv qattiq holatda bo‘lsa, uning kichik zarrachasi tahlil qilinuvchi eritmaning chetiga joylashtiriladi. 1–2 min. dan so‘ng hosil bo‘lgan kristallar mikroskop ostida kuzatiladi.

Tomchi reaksiyasi filtr qog‘ozida o‘tkaziladi. Tahlil qilinuvchi eritma kapillyar yordamida qog‘ozga o‘tkaziladi. So‘ngra dog‘ markaziga boshqa kapillyar yordamida reaktiv qo‘shiladi. Dog‘ diametri 0,5 sm dan oshmasligi kerak.

Cho‘ktirish xromatografiyasi reaksiyalari – tomchi reaksiyalar kabi filtr qog‘ozda bajariladi. Xromatografik dog‘lar bir biridan ajralishi uchun dog‘ markaziga suv tomiziladi.

Salt tajriba – aniqlanuvchi ion bo‘lmagan eritmaga reagent tomizib bajariladi.

Nazorat tajribasi – aniqlanuvchi ion mavjud bo‘lgan eritmaga reagent qo‘shib bajariladi.

Salt va nazorat tajribalar tahlil natijalarida ikkilanish bo‘lgan hollarda, asosiy tajriba bilan parallel holda solishtirish uchun o‘tkaziladi.

Analitik kimyo laboratoriyasida ichki tartib va texnika xavfsizligi qoidalari

Kimyo laboratoriyalarida samarali va xavfsiz qilish uchun ichki tartib va texnika xavfsizligi qoidalariga rioya qilish zarur. Bu qoidalarga rioya qilish faqat o‘zi uchungina emas, balki shu laboratoriyada ish bajarayotgan o‘rtoqlarining xavfsizligi uchun ham zarurdir.

Texnika xavfsizligi va ichki tartib qoidalari bilan tanishgan hamda bu to‘g‘rida laboratoriya jurnaliga qayd etilgan, talabalar-gina kimyo laboratoriyasiga ishga qo‘yiladi.

Ishga tushishdan oldin talabalar qiladigan ishlari uchun kerak boʻladigan moddalarning va reaksiya natijasida hosil boʻladigan mahsulotlarning xossalari bilishlari shart. Talaba bajarilishi kerak boʻlgan ishning rejasini oʻqituvchi bilan muhokama qilishi lozim.

Koʻngilsiz hodisalar boʻlmasligi uchun asbobni toʻgʻri yigʻish va shtativga ishonchli qilib mahkamlash zarur.

Sintezni iflos idishlarda olib borish mumkin emas. Kolbalar va reaksiya uchun ishlatiladigan asboblari organik erituvchilar, ishqor eritmalari va suv bilan yaxshilab yuvilib, soʻngra quritilgan boʻlishi lozim. Sovitgichning ichki naychasi - yogʻoch tayyoqchaga paxta oʻrab, artilgan boʻlishi kerak. Ish tugashi bilan idishlarni yuvib qoʻyish shart.

Talaba ishni bajarayotganda shu ishga taalluqli boʻlgan maxsus koʻrsatmalarni bajarishi zarur (kislotalar, ishqorlar, vakuumda haydayotganda himoya koʻzoynagini taqish, moʻrili shkaf tagida ishlash va hokazo).

Har bir ishni bajarayotganda reaksiya komponentlarini qoʻllanmada koʻrsatilgan tartibda aralashtirish va bir tekis qaynab turishi uchun reaksiya aralashmaga “qaynatgich” (gʻovak sopol boʻlakchalari yoki bir tomoni kavsharlangan shisha naycha) solish lozim.

Har bir ishni ehtiyotkorlik bilan moddalarni teriga sachratmasdan bajarish lozim, chunki, ularning koʻpchiligi (galogenli hosilalar, fenollar, nitrobirikmalar va boshqalar) terini qichishtirishi va tuzalishi qiyin boʻlgan yaralarni keltirib chiqarishi mumkin.

Qizdirish bilan boradigan reaksiyalardan yoki haydashdan soʻng asbob sovumaguncha, uni ochish qatʻiyan man etiladi. Sovitgichni issiq kolbadan ajratilganda organik moddalarning bugʻlari laboratoriyaga chiqadi. Bu esa, yongʻinga yoki zaharlantirishga sabab boʻladi.

Yuqori temperaturada olib boradigan reaksiyalarda va moddalarni haydashda kolba sovutgich bilan ulangandan va “qaynatgich” solingandan keyingina qizdirishni boshlash lozim. Agar reaksiyani suvli yoki qumli hammomda olib borish kerak boʻlsa, reaksiya kolba sovuq suvga yoki qumga botiriladi, soʻngra asta-sekinlik bilan qizdiriladi.

Reaksiya o'tkaziladigan asbobni germetik qilib tuzish qat'iyan man qilinadi. Bu portlash va yong'inga olib kelishi mumkin.

Moddalarning mazasini sinab ko'rish qat'iyan taqiqlanadi. Agar moddaning hidi orqali bilish kerak bo'lsa, idishga engashmasdan qo'lning yengil harakati bilan moddaning bug'ini o'ziga yo'naltirib ehtiyotlik bilan hidlash lozim.

Organik modda va ularning eritmalarini pipetka orqali ichga tortish mumkin emas. Buning uchun maxsus "so'rg'ichlardan" foydalanish lozim.

Zaharli yoki yomon hidli bug' va gazlar ajralib chiqadigan ishlar shuningdek, tutovchi va ko'zdan yosh oqizadigan moddalar bilan qilinadigan ishlar faqat mo'rili shkafda bajarilishi kerak.

Rakovinaga erituvchilarning qoldiqlarini, reaksiyon aralashmalarini, qum va boshqa narsalarni to'kish qat'iyan man qilinadi. Reaksiya o'tkaziladigan asbobni qarovsiz qoldirish taqiqlanadi.

Gaz gorelkasini zarur bo'lgandagina yoqish, ish tugagan zahoti o'chirish lozim. Gaz gorelkasida faqat gugurt bilan yoqish shart. Ish davomida gaz jo'mraklarini tekshirib borish; agar gaz chiqishi sezilsa, olov va elektr bilan bajarilayotgan ishlarni to'xtatish va bu to'g'rida laboratoriya xodimlarini xabardor qilish kerak.

Shisha naychalar bir-biriga kauchuk bilan ulanayotganda yoki ularga tiqinlar kiygizilayotganda ularni glitsirin bilan namlash zarur.

Laboratoriyada barcha shisha va metall idishlarda, ularga solingan moddalarning nomi va konsentratsiyalari albatta yozilgan bo'lishi lozim.

Ichki tartib va ish joyini tutish qoidalari:

Talabalar laboratoriya ishlarini jadval bo'yicha ajratilgan vaqtdagina bajarishlari shart. Jadvaldan tashqari vaqtda esa, o'qituvchining maxsus ruxsati bilan navbatchi laborant nazorati ostida bajarishlari mumkin.

Laboratoriyada yolg'iz ishlash qat'iyan man qilinadi, chunki ish vaqtida qilingan kichkina xato og'ir oqibatlariga olib kelishi mumkin va zarar ko'rgan kishiga birinchi yordam ko'rsatish mumkin bo'lmay qoladi.

Talabalar laboratoriyada barcha narsalarni avaylab saqlashlari lozim.

Stol ustidagi ish uchun tayyorlab qo'yilgan asbobni buzish va uning qismlaridan foydalanish taqiqlanadi.

Laboratoriyada qilinadigan amaliy ish doimo diqqat bilan ishlashni talab qiladi. Laboratoriyada charchagan holda va yaralangan yoki tiralgan qo'l bilan ishlash mumkin emas, chunki yaraga zaharli moddalar tushishi mumkin.

Boshqa ishlar bilan shug'ullanish, bir-birini chalg'itish, gaplashish va begona kishilarning laboratoriyaga kirishi taqiqlanadi.

Laboratoriyada ovqatlanish, suv ichish va chekish qat'iyan man qilinadi. Ish vaqtida qo'lni yuzga tegizmaslik lozim, chunki ko'pgina organik moddalar teriga ta'sir qiladi. Yoyilgan soch bilan ishlash mumkin emas. Brom, simob bilan ishlayotganda soat va uzuklarni olib qo'yish kerak.

Har bir guruhda laboratoriyada tozaligi va tartibiga javob beruvchi navbatchi talaba belgilanadi. Laboratoriya mashg'uloti tugagandan so'ng navbatchi ish stollarini qabul qilib oladi, laboratoriya xonalarni toza holda laboratoriya xodimlariga topshiradi.

Talabalar butun ish davomida o'z ish joylarini toza va tartibli holda tutishlari lozim. Ish stoli ustida kitoblar, daftar, portfel, sumka va boshqa predmetlarni qo'yish ham taqiqlanadi, chunki ular moddalar ta'sirida yaroqsiz holga kelishi mumkin.

Ish tugagandan keyin har bir talaba o'z ish o'rnini tozalaydi, gaz, suv va elektrni o'chirib navbatchiga ko'rsatadi.

Laboratoriyada ishlayotgan har bir talaba, birinchi yordam uchun kerak bo'ladigan dorilar turadigan aptechkani, karbonat kislotali o't o'chirgichni, qumli yashikni va yong'in o'chiruvchi asbest odevalni qayerda turishini bilishi lozim.

Yonuvchi, portlovchi moddalar bilan ishlash qoidalari

Umumiy, analitik sintez laboratoriyalarida yonuvchan moddalar saqlanadi va ishlatiladi. Shuning uchun bu moddalar bilan ishlash qoidalarga qat'iyan amal qilish zarur.

Yonuvchan suyuqliklarni ya'ni past haroratda qaynaydigan moddalarni: efir, benzol, atseton, metanol, etanol va boshqalarni qizdirish va haydash, suvli sovutgich bilan jihozlangan asboblarda suvli, yog'li yoki qumli hammomlarda, yopiq elektr qizdirgich asboblari yordamida olib borish maqsadga muvofiqdir. Yonuvchi moddalar bilan bog'liq ishlar tik turib, doimo nazorat ostida bajariladi.

Xaydash kolbasida moddani oxirigacha xaydash mumkin emas, chunki kolbaning sinishi va moddaning qizigan bug'lari yonib ketishi mumkin.

Yonayotgan gorelka yoki elektr plitka tagiga issiqlik o'tkazmaydigan material qo'yish lozim.

Organik moddalarni quritgich shkafda quritish mumkin emas, chunki ular qizdirilganda oson alanganadi. Agar quritgich shkafda quritish tavsiya qilingan bo'lsa, u holda shkaf ichidagi temperaturani doimo nazorat qilib turish zarur.

Ishlatilgan yonuvchi suyuqliklarni rakovinaga yoki axlat solinadigan idishga tashlash man etiladi, chunki ular preparat beriladigan xonaga topshiriladi.

Agar yonuvchi suyuqlik to'kilib ketsa, laboratoriyadagi barcha gorelka va elektr qizdirgich asboblarni o'chirib, oynani ochish kerak. So'ngra to'kilgan suyuqlikni quruq katta latta bilan artib olish va suyuqlik hidi yo'qolguncha xonani shamollatish lozim.

Barcha yonuvchi gazlar: - vodorod, uglerod (II) oksid, metan, etan, atsetilen, vodorod sulfid va boshqalar, shuningdek yonuvchi suyuqlik bug'lari(efir, metil va etil spirtlari, benzin, toluol, ksilol va boshqalar), havo yoki kislorod bilan portlovchi aralashmalar hosil bo'ladi.

Idishlarni kimyoviy erituvchilarda yuvayotganda qizdirish mumkin emas, chunki erituvchi bug'lanishi va yonib ketishi mumkin.

Laboratoriyada yong'in chiqishning asosiy sabablaridan biri natriy metalli bilan ishlash qoidalariga rioya qilmaslikdir. Shuni unutmaslik kerakki, natriy metalli suvga tegsa o't olishi va katta portlashi mumkin. Natriy teriga tushsa kuydirishi va tuzalishi qiyin bo'lgan yara hosil qilishi mumkin.

NATRIY METALLI BILAN ISHLASH

Natriy metalli suv va galloid tutgan birikmalarga tegmasligi lozim. Natriy metallini qalin devorli, shisha yoki tunuka idishlarda suvsizlantirilgan kerosin yoki yuqori haroratda qaynaydigan uglevodorodlar tagida saqlanadi. Natriy metallini qisqich yoki pichoqcha bilan olinadi va darhol kerosinli stakanga solinadi. Natriy metallini filtr qog'oz ustida kesib olib, kerosinli stakanga solinadi, oksidlangan qismi kesib tashlanadi. Filtr qog'oz bilan kerosin shimdirib olinib, darhol reaksiyaga kiritiladi. Natriyning kichik bo'lakchalarini alohida kerosinli idishga solib, uni tiqin bilan berkitiladi. Natriy bilan olib boriladigan barcha idishlarni ximoya ko'zoynagi taqib suvsiz joyda olib boriladi.

Tajriba tugagach natriy qoldiqlari yig'ilib, kerosinli idishga solinadi, natriy kesilgan qog'oz va reaksiya o'tkazilgan idishga texnik etil yoki metil spirti quyiladi.

Natriy qoldiqlarini rakovinaga va axlatga tashlash qat'iy man qilinadi. Natriy bilan reaksiya o'tkazilayotgan kolbani suv hammomi bilan qizdirish mumkin emas. Qizdirish uchun havo va qum hammomidan, shuningdek usti yopiq elektr qizdirgichlardan foydalaniladi. Mono va poligalloid alkallarni, karbonil birikmalarni, kislota, spirt, nitrobirikmalarni quritishda natriydan foydalanish mumkin emas.

Bo'sh kolba va idishlarda natriy bo'lakchalarini qoldirish mumkin emas. Ochiq qoldirilgan natriy metallining ustki qismi ko'rinishi kalsiy xloridga o'xshash bo'ladi, unga suv ta'sir ettirilganda portlash ro'y berishi mumkin.

Brom bilan ishlash. Bromni qalin devorli shisha idishlarda og'zi berk holatda saqlanadi. Brom terining shilliq pardasiga ta'sir qiladi. Agar teriga tushsa, tuzalishi qiyin bo'lgan yara hosil bo'ladi. Brom bilan ishlashdan oldin tomizgich voronkaning kranlarini efir bilan tekshirish kerak. Brom bilan qilinadigan barcha ishlarni mo'rili shkafda olib borish kerak.

Simob bilan ishlash. Simob metalli juda zaharli bo'lgani uchun u bilan qilinadigan ishlarni oz miqdorda qalin devorli idishlarda maxsus solib, olib boriladi. Simob bilan qilinadigan

barcha ishlar mo‘rili shkafda olib boriladi. Agar termometr sinib qolsa talaba bu holat to‘g‘risida darhol o‘qituvchiga yoki laboratoriyaga xodimlariga bildirishi, to‘kilgan simobni yig‘ib olishi va qoldiqni temir xloridning 20 protsentli eritmasi bilan yo‘qotishi mumkin. To‘kilgan simobni alanganmagan mis plastinkasi bilan, yoki shisha idishga ulangan suv nasosi bilan yig‘ib olinadi.

Qattiq ishqorlar bilan ishlash

Qattiq ishqorlar bilan ishlaganda himoya ko‘zoynagi va rezina qo‘lqop kiyib olish lozim.

Yong‘inni o‘chirish. Talabalar kimyoviy laboratoriyada yong‘inni o‘chirish vositalari va usullarini bilishlari lozim. Yong‘in chiqqanda suv bilan o‘chirish mumkin emas, chunki ko‘p hollarda (agar modda suv bilan reaksiyaga kirishib issiqlik ajralib chiqsa yoki yonuvchan birikmalar hosil bo‘lsa) suv yong‘inni kuchaytirishga olib keladi.

Suvda erimaydigan va suvdan yengil bo‘lgan (benzol, kerosin, benzin, to‘yingan uglevodorodlar) moddalar yonganda ham ularni suv bilan o‘chirish mumkin emas. Kuchlanish ostida turgan elektr qurilmalarini va elektr asboblarini ham suv bilan o‘chirish taqiqlanadi.

Agar kiyim yonayotgan bo‘lsa, tezda kiyimlarini yechish, yonish yana davom etsa, asbest odeyal yoki yonmaydigan suyuqlik shimdirilgan namat bilan o‘rab o‘chirish lozim. Yonayotgan joyni “o‘t o‘chirgich” bilan o‘chirish tavsiya qilinadi.

Kuyganda va zaharlanganda ko‘rsatiladigan birinchi yordam

Issiqlik ta‘sirida kuyganda darhol kaliy permanganatning kuchsiz eritmasi, etil spirtida latta yoki paxtani namlab, kuygan joyga bosish kerak.

Agar teriga kislota to‘kilsa, joyni tezlik bilan suv oqimida yuvib, keyin natriy gidrokarbonatning 3 protsentli eritmasi bilan artiladi.

O'yuvchi ishqorlar to'kilib kuygan joy suv oqimida yuvilib, so'ngra suyultirilgan sirka kislota bilan eritiladi va yana suv oqimida uzoq vaqt yuviladi.

Ko'zga kislota yoki ishqor sachraganda, ko'zni 3–5 minut davomida suv bilan yuvish kerak. Kislota sachragan holda gidroqarbonat eritmasi bilan, ishqor sachragan bo'lsa, borat kislota eritmasi bilan yuviladi, shundan so'ng, tezlik bilan shifokorga murojaat qilish kerak.

Fenol ta'sirida kuyganda zaharlangan joyni spirt bilan artish lozim.

Brom ta'sirida kuygan joyni darhol spirt yoki suyultirilgan ishqor eritmasi bilan yuvib, keyin yana spirt bilan artiladi, shundan keyin kuygan joyga maxsus moy dori surtiladi. Brom hidi bilan zaharlanganda spirt bug'idan chuqur nafas olib, sut ichib, ochiq havoga chiqish kerak.

Agar suvda erimaydigan organik modda teriga to'kilib kuydirsa, kuygan joy shu modda eriydigan erituvchi bilan yuviladi. Jabrlanuvchiga birinchi yordam ko'rsatilgandan keyin uni shifoxonaga olib boriladi.

Shisha idishlar bilan noto'g'ri ishlash natijasida ko'ngilsiz voqealar yuzaga kelishi mumkin. Ishlashdan avval shisha asboblarning darzi yo'qligini tekshirish lozim.

Ho'l kolbalarni (agar ular issiqlikka chidamli bo'lmasa) isitgich asboblariga qo'yish mumkin emas. Vakuumda haydalyotgan vaqtda tubi yassi kolbalardan foydalanish taqiqlanadi. Vakuumda haydaganda va vakuum eksikatorlarida quritilganda himoya ko'zoynagini taqish shart. Yuqoridagi keltirilgan ichki tartib va texnika xavfsizligi qoidalarga rioya qilmagan talabalar laboratoriyada ishlash huquqidan mahrum qilinadi.

I BO'LIM. Kationlarning kislota-asos tasnifi

Guruh	Kationlar	Guruh reagenti	Guruh nomi	Cho'kma xossalari
I	Na^+ K^+ NH_4^+	Yo'q	-	-
II	Ag^+ Hg_2^{2+} Pb^{2+}	2H HCl	Xloridlar	Xloridlari suvda erimaydi
III	Ca^{2+} Sr^{2+} Ba^{2+}	$2\text{H H}_2\text{SO}_4$	Sulfatlar	Sulfatlari suvda erimaydi
IV	Al^{+3} Zn^{+2} Cr^{+3} , Cr^{+6} Sn^{+2} , Sn^{+4} , As^{+3} , As^{+5}	2H NaOH	Amfotitlar	Gidroksidlari suvda erimaydi, lekin ishqorning mol miqdorida eriydi
V	Mg^{+2} , Mn^{+2} , Fe^{+2} , Fe^{+3} , Bi^{+3} , Sb^{+3} , Sb^{+5}	NaOH	Gidroksidlar	Gidroksidlari suvda va ishqorning mol miqdorida ham erimaydi
VI	Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} , Cd^{+2} , Hg^{+2}	Konsentrlangan ammiak	Ammiaklar	Gidroksidlari ishqorlarda erimaydi, ammo konsentrlangan ammiakda eriydi

Laboratoriya ish №1

I GURUH KATIONLARINING ANALITIK REAKSIYALARI (NH_4^+ , K^+ , Na^+)

Bu birinchi analitik guruh kationlariga kaliy, natriy va ammoniy kationlari kiradi. Ular suvda yaxshi eriydi, ularning maxsus gruppaga reagenti yo'q. Xususan, suvli eritmada birinchi gruppaga kationlari suvda yaxshi eriydi, ular kuchli kislotalarda amaliyotda hammasi dissatsiyaga uchraydi.

Birinchi guruh kationlarining hosil qilgan ko'pchilik tuzlari suvda eriydi. Analiz uchun eng muhimi ularning sulfatlari, xloridlarining suvda eruvchanligidir. Shu xossasi tufayli ular boshqa guruh kationlaridan farq qiladi. Ishqoriy metallarning gidroksidlari suvda to'liq ionlarga ajraladi. Shuning uchun kuchli kislotalarning natriyli va kaliyli tuzlari gidrolizlanmaydi. Bunday eritmalarning muhiti neytral bo'ladi. Kuchsiz kislotalarning natriy va kaliyli tuzlari eritmada gidrolizlanadi hamda ularning eritmaları ishqoriy muhit bo'ladi.

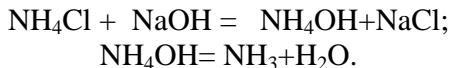
Ammoniy gidroksid amiakning suvdagi eritmasi bo'lib, kuchsiz asosdir. Uning 1 n eritmasida ammiakning ionlanish darajasi 0,4% ga yaqin. Shuning uchun kuchli kislotalar ammoniyli tuzlarining eritmaları kislotali muhit hosil qiladi.

K^+ , Na^+ kationlari (I-guruhga Li^+ , Rb^+ va Cs^+ kationlari ham kiradi.) inert gazlar atomining tashqi qavatiga o'xshash sakkiz yoki ikki elektronli tugallangan tashqi qavatga ega.

I analitik gruppaga kationlari rangsiz. Ularda alangani bo'yali-shini faqatgina ularga mos bo'lgan anionlar taminlaydi. Birikmalari rangli hisoblanadi xromatlar (sariq), bixromatlar (sabzi rang), manganatlar (yashil), permanganatlar (qizil malina), geksatsianoferratlar(II) (sariq), geksatsianoferratlar(III) (qizil), geksanitrokobaltatlar(III) (sariq va qizil). I analitik gruppaga kationlari, Ammoniy ionlaridan tashqari, oksidlovchi va qaytaruvchilarga barqaror, NH_4^+ -ionlari kuchli oksidlovchilar yordamida: gipoxloritlar, shox arog'i va h.

AMMONIY KATIONNING REAKSIYALARI

1. O'yuvchi ishqor eritmasi bilan ammoniy tuzlari ammiak gazini hosil qiladi:

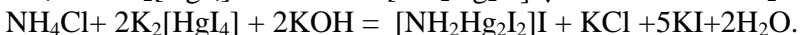


Ajralib chiqayotgan ammiak gazini uning hididan yoki ho'l universal indikator qog'ozining ko'karishidan bilib olinadi.

Universal qog'oz o'rniga fenoltalein yoki $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ shimdirilgan qog'oz ishlatish mumkin. Fenoltalein ammiak ta'sirida qizaradi, simob(I) tuzi ta'sirida qorayadi.

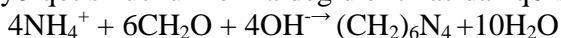
Soat oynasiga 2–3 tomchi ammoniy tuzi eritmasi joylashtiriladi 3–4 tomchi ishqor qo'shib isitiladi, ammiak ajralib chiqadi. Ammiak yo'qolganini nam lakmus qog'oz bilan (gaz kamerasida yoki oddiy probirkada) tekshirish mumkin.

2. Nessler reaktivi (kompleks tuz) bilan ammoniy kationi qizil qo'ng'ir cho'kma hosil qiladi:



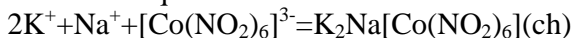
Boshqa 1-analitik grupp kationlari ammoniy ionini Nessler reaktivi bilan aniqlashga halaqit beradi. Reaksiyaga boshqa kationlar ham (kumush, qalay, vismut, mis, temir) va oksidlovchilar (permanganat, peroksid, Cl_2 va boshqalar) halaqit beradi.

3. Formalin bilan reaksiyasi. Ammoniy tuzlarini halain berish darajasini yo'qotish uchun formaldegid eritmasidan qo'shiladi.



KALIY KATIONNING ANALITIK REAKSIYALARI

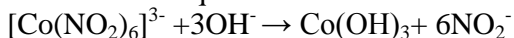
1. Natriy geksanitritkobaltat(III) (NGNK) bilan reaksiyasi. Kaliy kationi NGNK bilan sirka kislotali yoki neytral sharoitda sariq cho'kmani hosil qiladi:



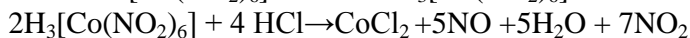
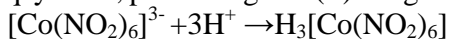
Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 1–2 tomchi kaliy tuzining eritmasidan soling va $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ eritmasidan 1–2 tomchi tomizing. Sariq rangli

mayda kristallik choʻkma hosil boʻladi. Reaksiyani bajarishda ammoniy va litiy kationlari halaqit beradi. Shuning uchun reaksiyani oʻtkazish NH_4^+ ioni yoʻqotilgandan soʻng olib boriladi. Ishqoriy sharoitda NGNK ioni parchalanib qora-qoʻngʻir rangli $\text{Co}(\text{OH})_3$ choʻkmasini hosil qiladi:



Agar tekshirilayotgan eritma ishqoriy boʻlsa, uni sirka kislota eritmasi bilan neytrallanadi. Kuchli kislotali muhitda kaliy ionini NGNK taʼsirida choʻktirib boʻlmaydi, chunki NGNK kislota hosil qilib, tarkibidagi $\text{Co}(\text{III})$ qaytarilib, pushti rangli $\text{Co}(\text{II})$ ioniga aylanadi.

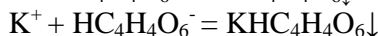
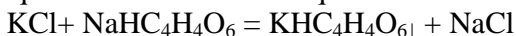


Agar tekshirilayotgan eritma kuchli kislotali boʻlsa, uni natriy atsetat taʼsirida neytrallash kerak. Bu reaksiyani oʻtkazishda ancha kuchli qaytaruvchi boʻlgan yodid ioni halaqit beradi.

Ushbu reaksiya juda seziluvchan boʻlganligi sababli uni oʻtkazish uchun kaliy tuzi eritmasining 1–3 tomchisiga 3–4 tomchi NGNK qoshiladi. Hosil boʻlgan choʻkma ham kislotali, ham ishqorda eriydi.

2. Alanganing boʻyalishi. Kaliy ioni rangsiz alangani xarakterli binafsha rangga boʻyaydi. Bunga natriy tuzlari juda halaqit beradi. Sababi natriy gorelka alangasini sariq rangga boʻyaydi va koʻk rangi koʻrinmaydi.

3. Natriygidrotartarat bilan kaliyning tuzi kaliy gidrotartarat $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ oq kiristal choʻkma hosil qiladi.

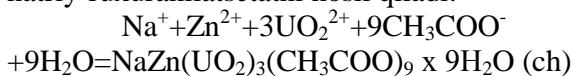


Reaksiya borishi uchun sovuqda shisha tayoqcha bilan probiraning eritma qismi chetini ishqalash kerak. Kaliy gidrotartarat ishqor eritmasida eriydi soʻngra oʻrta tuzlarda eritmani hosil qiladi va mineral kislotalar, vinotosh kislotalarni suvda eritib hosil qilinadi. Sirka kislotali kaliy gidrotartarat erimaydi, shuning uchun neytral yoki sirka kislota eritmasi tanlanadi. Katta miqdordagi natriy atsetatni ishlatmaslik kerak. U yaxshi eruvchan $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ning oʻrta tuzining hosil boʻlishiga yordam beradi oz eruvchan nordon tuz $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ oʻrta tuzlar - $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, yaxshi eriydi nordon tuzlar $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ esa kam eruvchan.

NATRIY KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Alanga rangining bo‘yalishi. Tajribani bajarish uchun platina yoki nixrom sim konsentrlangan HCl kislotaga bir necha marta botirib olinadi va gorelka alangasida alanga bo‘yalmay qolguncha qizdirib tozalanadi. Tozalangan simni isitish, tekshirilayotgan eritmaga botirish va rangsiz garelka alangaga tutish kerak, shunda u alangani sariq rangga buyaydi. Bu reaksiya juda ham sezgir (bunda natriyning $3 \cdot 10^{-7}$ mg miqdorini aniqlash mumkin). Agar alanga 10-15 s dan keyin intinsiv sariq rangga bo‘yalsa, natriy ionlari borligi hisobiga amalga oshgan bo‘ladi.

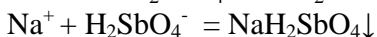
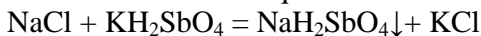
2. Rux uranilatsetat bilan reaksiyasi. Natriy ionlari neytral yoki kuchsiz kislotali muhitda sariq limon rangli kristall cho‘kma natriy-ruxuranilatsetatni hosil qiladi:



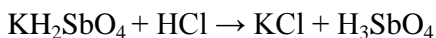
Reaksiyani bajarish:

Buyum oynachasiga 1 tomchi natriy tuzining eritmasidan tomizib, ustiga 1 tomchi ruxuranilatsetat eritmasidan tomiziladi. 1–2 minutdan keyin mikroskop ostida tetraedrik yoki oktaedrik shakldagi kristallarni ko‘rish mumkin. Eritmada ko‘p miqdorda K^+ ionlari bo‘lsa Na^+ nianiqlashga halaqit beradi. U holda, Na^+ ionini topishda avval eritmani 2–3 marta suyultirish reaksiya uchun suyultirilgan eritmadan bir tomchi olib Na^+ uchun reaksiya qilish kerak.

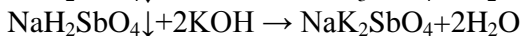
3. Kaliy digidroantimonat (KH_2SbO_4) bilan reaksiyasi. KH_2SbO_4 Na^+ ionlari bilan sovuq sharoitda probirka devori shisha tayoqcha bilan ishqalab turilganda natriy digidroantimonatning oq kristall cho‘kmasini hosil qiladi:



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



Reaksiyaning kislotali muhiti ishqor ta'sir etib neytrallanadi. Kuchli ishqoriy muhitda cho'kma tushmasdan, suvda eriydigan o'rtta tuz-antimonat hosil bo'ladi:



Agar eritma muhiti ishqori u bo'lsa, u xlorid yoki sirka kislota eritmasi bilan neytrallanadi.

Yuqoridagi reaksiyalar asosida I guruh kationlarining reaksiyalari jadvali tuzildi.

1-Jadval

Reagentlar	Kationlar		
	Na ⁺	K ⁺	NH ₄ ⁺
1	2	3	4
Zn(UO ₂) ₃ (CH ₃ COO) ₈	NaZn(UO ₂) ₃ (C H ₃ COO) ₉ Sariq cho'kma		
K[Sb(OH) ₆]	Na[Sb(OH) ₆] Oq cho'kma	-	-
Na ₃ [Co(NO ₂) ₆]	-	K ₂ Na[Co(NO ₂) ₆] Sariq cho'kma	(NH ₄) ₂ Na[Co(N O ₂) ₆] Sariq cho'kma
Na ₂ Pb[Cu(NO ₂) ₆]	-	K ₂ Pb[Cu(NO ₂) ₆] qora cho'kma	(NH ₄) ₂ Pb[Cu(NO 2) ₆] qora cho'kma
KOH, NaOH	-	-	Isitish bilan NH ₃ ajralib chiqadi
K ₂ [HgI ₄] va KOH Nessler reaktivi	-	-	[Hg ₂ N]J · H ₂ O qizil-qo'ng'ir cho'kma
Alanganing bo'yalishi	Sariq	Och binafsha	-
Qizdirilganda	Qiyin uchuvchan	Qiyin uchuvchan	Parchalanadi

NH₄⁺ kationlari K⁺ ionlarini aniqlashga halaqit beradi.

Nazorat eritmasi

I guruh kationlari aralashmasining tahlili

Nazorat eritmasi probirka yoki shisha idishda berilishi mumkin. Eritma yaxshilab aralashtirilib, 2 qismga bo‘linadi: birinchi qismdan tahlil bajariladi, ikkinchisi nazorat uchun olib qo‘yiladi. 1-jadval asosida tahlil ammoniy ionlarini xususiy reaksiyalari bilan aniqlashdan boshlanadi. Ikkilanish bo‘lganda “nazorat tajriba”si o‘tkaziladi, ya’ni aniqlanuvchi ion bilan ayni reaksiya o‘tkazilib, natijalar solishtiriladi. Tahlil jarayonida quyidagi shaklda tahlilnoma rasmiylashtiriladi:

I guruh kationlari aralashmasining sifat tahlili

1. Nazorat eritmasining tashqi ko‘rinishi. Eritmaning tiniqligi, rangi.

2. Kationlarni ochish va uni aniqlashda ishlatiladigan reagent, reaksiya sharoiti, kuzatish natijasi va kationlar bor yoki yo‘qligi to‘g‘risidagi xulosa.

Kation topilgandan keyin uni ion holatdagi reaksiya tenglamasini yozish.

3. Umumiy xulosa.

4. Tahlil tugatilgandan keyin sana va talabning imzosi qo‘yiladi.

5. O‘qituvchining imzosi.

NH_4^+ ionini kasrli usulda ochish

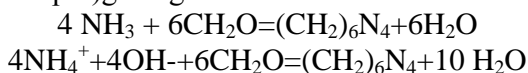
2–3 tomchi tekshiriluvchi eritma forfor kosachasiga solinadi va 3–5 tomchi ishqor qo‘shiladi. Stakancha tubiga ho‘l lakmus yoki fenolftaleinli filtr qog‘ozi joylashtirilib, farfor kosachaga to‘nkarib qo‘yiladi, suv hammomida isitiladi. Indikator rangini o‘zgarishi - lakmusni ko‘karishi, fenolftaleinni qizarishi NH_4^+ ion borligiga dalil bo‘ladi.

NH_4^+ ni yo‘qotish

1-usul: ammoniy tuzlarini termik parchalash: 15–20 tomchi dastlabki eritma quruq qoldiq qolguncha mikrotigelda parlatiladi. Qoldiq 5–10 min. davomida qizdirilib sovitilgandan so‘ng, 8–10

tomchi distillangan suv qo‘shib eritiladi. NH_4^+ ionlarini yo‘qotish to‘liq bo‘lganligini tekshirish uchun eritmadan buyum oynasiga 1–2 tomchi tomiziladi, stakancha tubiga Nessler reaktivi shimdirilgan qog‘oz joylashtirilib fosfor kosachaga to‘nkarib qo‘yiladi. Agar, qizil-qo‘ng‘ir rangli cho‘kma hosil bo‘lsa, yuqoridagi ish yana takrorlanadi.

2-usul: ammoniy ionlarini formalin yordamida geksameten-tetramin (urotropin)ga bog‘lash:



Reaksiyani bajarish:

2–3 tomchi tekshiriluvchi eritmaga teng hajmda 40% formaldegid va 1 tomchi fenoltaleindan qo‘shiladi. So‘ngra tomchilab Na_2CO_3 eritmasidan qo‘shiladi. Eritmaning rangi qizil rangga o‘tguncha (pH=9) 1–2 min. isitiladi, sirka kislotasi bilan rang yo‘qotib, neytrallanadi.

K+ kationini ochish

Eritmaning bir qismida K+ ionlari tegishli reagent vositasida aniqlanadi.

Na+ kationini aniqlash

Na+ ionlari kaliy geksagidroqsostibat yoki ruxuranilatsetat reagentlari bilan ochiladi.

NAZORAT SAVOLLARI

1. Analitik kimyo fani, uning maqsadi, vazifalari.
2. Analitik reaksiya, kasrli, tizimli, makro va mikro tahlil tushunchalarini izohlang.
3. Ionlarning analitik tasnifining asosi nimalardan iborat?
4. Sifat tahlilining kislota-asos usulida guruh reagentlari sifatida qanday moddalar qo‘llaniladi, I guruh kationlarini ayting.
5. Maxsus, selektiv va guruh reagenti, reaksiyalarini ta‘riflang.
6. Analitik reaksiya sezgirligi nima bilan tavsiflanadi. Aniqlanish chegarasi, chegaraviy suyultirish, chegaraviy konsentratsiya nima?
7. Ammoniy nitrat va ammoniy xlorid tuzlarining termik parchalanishi reaksiya tenglamalarini yozing.

8. I guruh kationlariga umumiy tasnif bering
9. Na^+ , K^+ , NH_4^+ ionlarini aniqlashda ishlatiladigan reagentlarning nomlarini va formulalarini yozing.
10. Na^+ ionini rux uranilatsetat bilan, K^+ ionini kaliy geksanitrokobalat(III) bilan reaksiya tenglamalarini yozing. Nima uchun bu reaksiyalarni kuchli kislotali va ishqoriy muhitda olib borilmasligini tushuntiring.
11. Na^+ ionini $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ bilan reaksiyasini kuchli kislotali sharoitda olib borib bo'ladimi? Javobingizni tegishli reaksiya tenglamalari bilan tasdiqlang.
12. I guruh kationlarini aniqlashdagi mikroqristalloskopik reaksiyalarini yozing?
13. Nessler reaktivining kimyoviy tarkibi nimalardan iborat?
14. I guruh kationlaridan qaysilari alanga rangini bo'yaydi?
15. "Nazorat tajriba"si nima va u qanday bajariladi?

MUAMMOLI MASALALAR

1. Nima uchun ammoniy ionini ishtirokida kaliy va natriy ionlarini aniqlash mumkin emas?
2. Og'ir metallarning tuzlari ishtirokida ammoniy ionlari qanday reaksiya bilan aniqlanadi? Reaksiya tenglamasini yozing.
3. Ammoniy ionlarini bog'lash va yo'qotishning qanday usullarini bilasiz? Boradigan jarayonning reaksiya tenglamasini yozing.
4. I guruh aralashmasining tahlili qanday tartibda o'tkaziladi? Reaksiya tenglamalarini yozing.

Laboratoriya ishi №2

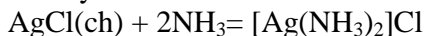
II GURUH KATIONLARINING ANALITIK REAKSIYALARI (Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+})

II analitik guruh kationlarining guruh reaktivi 2 mol/dm^3 HCl yoki uning tuzlari bo‘lib, ular Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} bilan suvda qiyin eriydigan xloridlarni hosil qiladi. Qo‘rg‘oshin xloridning eruvchanligi kumush xlorid va simob (I) xloridga nisbatan yuqori. Shuning uchun qo‘rg‘oshin ionining ma‘lum bir qismi eritmada qolib ketadi. Kumush, simob (I) va qo‘rg‘oshinning nitratli tuzlari suvda yaxshi eriydi. Sulfatli birikmalarni eruvchanligi ular Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} ga qadar kamayadi. Karbonati va sulfidlari suvda yomon eriydi. Kumush va simob(I)ning oksidlari mavjud, gidroksidlari esa mavjud emas. Qo‘rg‘oshin gidroksidi amfoter xossaga ega. Bu gidroksid kumush va simob(I) oksidlaridan farq qilib, mol ishqorda eriydi.

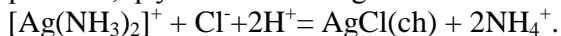
KUMUSH KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

Kumush ionining xloridlar, bromidlar va yodidlar bilan reaksiyalari (maxsus usuli)

1. Kumush ionining eruvchan xloridlar, bromidlar va yodidlar bilan o‘zaro ta‘siri natijasida kumush xloridi oq amorf cho‘kma, kumush bromidi och sariq cho‘kma hamda kumush yodidi sariq cho‘kmalarini hosil qiladi. Kumush xloridi konsentrlangan ammiak eritmasida eriydi:



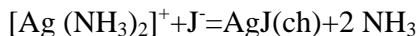
kislota qo‘shilsa, qaytadan cho‘kmaga kumush xlorid cho‘kadi:



AgBr (ch) – konsentrlangan ammiak eritmasida yomon eriydi

AgJ (ch) – konsentrlangan ammiak eritmasida erimaydi.

Shuning uchun Ag^+ kumushning ammiakatli kompleks birikmasidan kaliy yodid ta‘sirida ajratib olinadi:

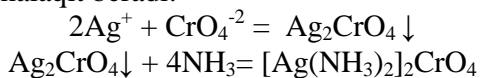


Reaksiyani bajarish

Uchta probirkaning biriga 2–3 tomchi natriy xlorid, ikkinchisiga 2–3 tomchi natriy bromid, uchinchisiga esa 2–3 tomchi kaliy yodiddan tomizing. Uchala probirkaga 3–5 tomchi kumush nitrat eritmasidan qo‘shing. Probirkalarda hosil bo‘lgan cho‘kmalarni kuzating va rangiga e‘tibor bering. Shu probirkalardagi cho‘kmalar ustiga 5–10 tomchi konsentrik ammiak eritmasidan qo‘shing va cho‘kmalarda sodir bo‘ladigan jarayonni kuzating.

2. Kumush ionining xromat ioni bilan reaksiyasi.

Kumush kationi xromat-ioni bilan neytral yoki sirka kislotali sharoitda (pH=6,5-7) kumush xromat qizil g‘isht rangli cho‘kmani hosil qiladi. Cho‘kma konsentrlangan ammiak eritmasida eriydi. Xromat ioni bilan cho‘kma beruvchi hamma ionlar, reaksiyani bajarish uchun halaqit beradi:



Reaksiyani bajarish usuli:

Probirkaga 2–3 tomchi kumush nitrat eritmasidan olib, ustiga 1–2 tomchi kaliy xromat tomizing. Cho‘kmani hosil bo‘lishini kuzating. Cho‘kmaning eruvchanligini sirka kislotasi va konsentrik ammiak qo‘shib tekshiring.

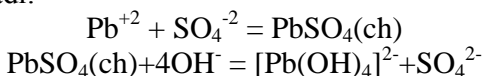
QO‘RG‘OSHIN KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Xlorid-ioni bilan reaksiyasi. Qo‘rg‘oshinning tuzli eritmasining bir necha tomchisiga vodorod xlorid kislotasidan bir necha tomchi qo‘shamiz. Yoki boshqa xlorid qo‘shiladi. Oq cho‘kma tushadi PbCl_2 , qizdirilganda oson eriydi. Bu reaksiya kislotali sharoitda olib boriladi. Ergan asoslarda esa qo‘rg‘oshin gidroksid bo‘lib cho‘kmaga tushadi. Konsentrlangan eritmalarda va asosli eritmalarda cho‘kmaga tushmaydi. Chunki plumbitlar hosil bo‘ladi.

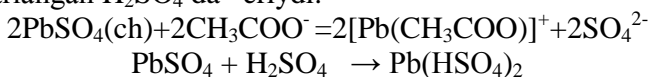
2. Sulfat-ioni bilan reaksiyasi. Qo‘rg‘oshin tuzlari sulfat kislota bilan oq qo‘rg‘oshin sulfat tuzini hosil qiladi. Reaksiya kislotali

muhitda olib boriladi. Chunki asosli muhitda qo'rg'oshin gidroksid cho'kmasi tushishni boshlaydi. Ko'p organik kislotalarning ammoniyli tuzlari analiz qilinayotgan eritmamiz tarkibida bor. Ular cho'kma tushishiga halaqit beradi. Chunki qo'rg'oshin sulfat ularda eriydi. Bariy, simob(I), stronsiy va va kalsiy kationlari sulfat kislotalarda cho'kma hosil qiladi.

Qo'rg'oshin ioni, sulfat kislota (yoki eruvchan sulfatlar) bilan oq amorf cho'kmani hosil qiladi. Cho'kma ustiga ishqor eritmasidan qo'shib isitilsa, cho'kma eriydi, bunda gidroksokompleks hosil bo'ladi:



Qo'rg'oshin sulfat 30%li ammoniy atsetat tuzi eritmasida va kontsentrlangan H_2SO_4 da eriydi:

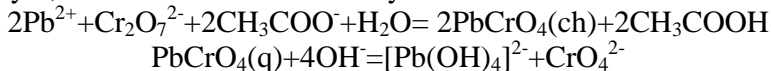


Reaksiyani bajarish

Probirkaga 5 tomchi qo'rg'oshin nitrat eritmasidan solib, teng hajmda natriy yoki kaliy sulfat eritmasidan qo'shing. Oq cho'kma hosil bo'ladi. Hosil bo'lgan cho'kmani ikki qismga bo'ling. Birinchisiga natriy yoki kaliy gidroksid eritmasidan qo'shing. Ikkinchisiga 30% li ammoniy atsetat eritmasidan qo'shing. Cho'kmaning erishini kuzating.

3. Qo'rg'oshin ionining xromat yoki dixromat ioni bilan reaksiyasi.

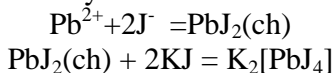
Qo'rg'oshin ioni xromat yoki dixromat anionlari bilan sariq kristall cho'kmani hosil qiladi. Hosil bo'lgan cho'kma ishqorlarda eriydi, sirka kislotasida esa erimaydi:



Reaksiyani bajarish

Probirkaga 2–3 tomchi qo'rg'oshin tuzi eritmasidan solib, 2–3 tomchi natriy atsetat va 2–3 tomchi kaliy xromat yoki dixromat eritmasidan tomizing. Sariq rangli kristall cho'kma hosil bo'ladi. Eruvchanligini sirka kislotasi va natriy gidroksidida tekshiring.

4. Qo‘rg‘oshin kationining yodid ioni bilan reaksiyasi (“oltin yomg‘ir“ reaksiyasi, maxsus usuli). Qo‘rg‘oshin kationi yodid anioni bilan sariq kristall cho‘kmani hosil qiladi. Hosil bo‘lgan cho‘kma mol reaktivda eriydi:

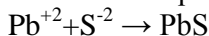


Reaksiyani bajarish

Probirkaga 2–3 tomchi qo‘rg‘oshin nitrat eritmasidan solib, ustiga 3 tomchi kaliy yodid eritmasidan tomizing. Sariq cho‘kma hosil bo‘ladi. Shu cho‘kmani ustiga bir necha tomchi suv va sirka kislotasi tomizib isiting. Cho‘kma eriydi, so‘ngra vodoprovod suvi ostida sovutib. Qaytadan yaltiroq sariq kristall cho‘kma hosil bo‘lishini kuzating.

5. Qo‘rg‘oshin kationining sulfid ioni bilan reaksiyasi (maxsus usuli).

Qo‘rg‘oshin kationi sulfid ioni bilan qora cho‘kma hosil qiladi.



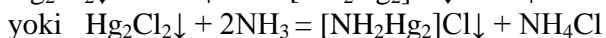
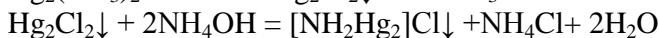
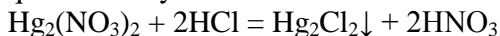
Cho‘kma nitrat kislotasida eriydi.

Reaksiyani bajarish usuli.

Probirkaga 2–3 tomchi qo‘rg‘oshin nitrat eritmasidan solib, ustiga 2–3 tomchi Na_2S yoki H_2S eritmasidan tomizing. Qora cho‘kma hosil bo‘ladi.

SIMOB(I) KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

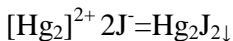
1. Simob(I) nitratning suvli eritmasiga xlorid kislotasi yoki NaCl qo‘shilsa, oq cho‘kma Hg_2Cl_2 hosil bo‘ladi. Agar cho‘kmaga ammiak eritmasi qo‘shilsa, qora cho‘kma erkin simob ajralib chiqadi. Reaksiya kislotali muhitda olib boriladi.



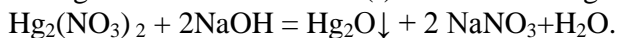
hosil bo‘lgan $[\text{NH}_2\text{Hg}_2]\text{Cl}$ oq cho‘kmasi disproporsiyalanib parchalanadi:



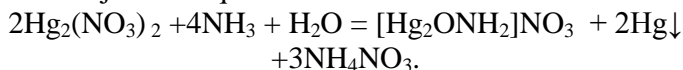
2. kaliy yodid bilan reaksiyasi. Kaliy yodid bilan simob (I) tuzlari xira-yashil cho'kma Hg_2I_2 hosil qiladi. Reaksiya sirka kislotali buferda olib boriladi:



3. Natriy gidroksid bilan reaksiyasi. Ishqor eritmalarini simob(I) tuzlariga ta'sir ettirilsa simob (I) oksid cho'kmaga tushadi.



4. Simob (I) tuzlariga ammiak eritmasi qo'shilsa, qora cho'kma erkin simob ajralib chiqadi:



2-jadval

II guruh kationlarining analitik reaksiyalari

Reagentlar	Kationlar		
	Ag^+	Hg_2^{2+}	Pb^{2+}
1	2	3	4
HCl yoki xloridlar	AgCl oq cho'kma, mol $NH_3 \cdot H_2O$ da eriydi	Hg_2Cl_2 oq cho'kma	$PbCl_2$ oq cho'kma, issiq suvda eriydi
H_2SO_4 yoki sulfatlar	Ag_2SO_4 Suvda eriydi	Hg_2SO_4 oq cho'kma	$PbSO_4$ oq cho'kma, mol ishqorda eriydi
NaOH	Ag_2O Qo'ng'ir cho'kma	Hg_2O qora cho'kma	$Pb(OH)_2$ oq cho'kma, reaktivning ortiqchasi eriydi
NH_3 , suvli eritmasi	Ag_2O , qo'ng'ir cho'kma, reaktivning ortiqchasi eriydi	$HgO + HgNH_2Cl$ qora cho'kma	$Pb(OH)_2$, oq cho'kma

KI	AgI, sariq choʻkma	Hg ₂ I ₂ Sariq-yashil choʻkma, parchalanadi: Hg HgI ₂ qora qizil choʻkma choʻkma	PbI ₂ , Sariq tilla rangli choʻkma
K ₂ Cr ₂ O ₇ +CH ₃ COOH	Ag ₂ CrO ₄ qizil-gʻisht rangli choʻkma, NH ₃ , H ₂ O eriydi	Hg ₂ CrO ₄ Qizil choʻkma Mol KJ eriydi	PbCrO ₄ Sariq choʻkma
H ₂ S yoki Na ₂ S	Ag ₂ S qora choʻkma	Hg ₂ S qora choʻkma, parchalanadi Hg HgS qora qora choʻkma choʻkma	PbS qora choʻkma
Kuchli qaytaruvchilar	Ag qora choʻkma	Hg qora choʻkma	Pb qora choʻkma

NAZORAT SAVOLLARI

1. II analitik guruh kationlariga qanday elementlar kiradi?
2. II analitik guruh kationlariga umumiy tavsif bering.
3. Analitik reaksiya sezgirligi va uning toʻrtta oʻzaro bogʻlangan oʻlchamlari.
4. Qoʻrgʻoshin ionini analitik reaksiyalarini yozing va tenglang. “Oltin yomgʻir” reaksiyasi deb nimaga aytiladi?
5. Qaysi kationning xloridli tuzi issiq suvda yaxshi eriydi?
6. II guruh kationlaridan qaysilari kompleks birikmalar hosil qiladi? Reaksiya tenglamalarini yozing.
7. Kumush xlorid choʻkmasining ammiakda erish tenglamasini yozing.
8. Simob (I) xloridning ammiak bilan reaksiyasini yozing.

MUAMMOLI MASALALAR

1. II guruh kationlarining qaysi biri guruh reagenti bilan to'liq cho'kmaga tushmaydi va nima uchun?
2. Konsentrlangan ammiakda kumush xlorid, bromid, yodid cho'kmalarining qaysilari eriydi? Reaksiya tenglamalarini yozing.
3. Xloridlari xossasidan foydalanib, II guruh kationlari qanday ketma-ketlikda ochiladi?

Laboratoriya ishi №3

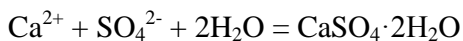
III GURUH KATIONLARINING ANALITIK REAKSIYALARI (Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+})

III analitik guruh kationlarining guruh reaktivi 1mol/dm^3 sulfat kislota yoki uning suvda eruvchan sulfatlari Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} kationlari bilan suyultirilgan kislota va ishqorlarda erimaydigan, suvda kam eriydigan oq cho'kmani hosil qiladi. Sulfatlarning eruvchanligi $\text{BaSO}_4 \rightarrow \text{SrSO}_4 \rightarrow \text{CaSO}_4$ gacha ortib boradi. Shuning uchun kalsiy sulfati to'liq cho'kmaga tushmaydi, u qisman eritmada qoladi. Kalsiy sulfatni to'liq cho'kmaga cho'ktirish uchun suvli eritmaga etanol qo'shiladi, bunda kalsiy sulfatni eruvchanligi kamayadi. Kalsiy, stronsiy, bariy xloridlari va nitratlari suvda eriydi. Fosfatlari suvda kam, mineral kislotalarda esa yaxshi eriydi. III guruh kationlarining karbonatlari sirka kislotasida oson eriydi va I-IV analitik guruh kationlarining tizimli tahlilida shu xossalardan foydalaniladi.

KALSIY KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

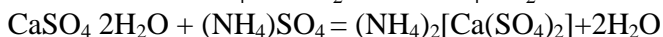
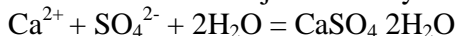
1. Sulfat kislota bilan mikrokristalloskopik reaksiyasi

Kalsiy kationining konsentrlangan eritmasi sulfat kislota bilan xarakterli kristall gips $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ni hosil qiladi:



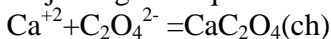
Reaksiyani bajarish

Buyum oynachasiga 1 tomchi kalsiy tuzi eritmasidan tomizib, ustiga 1 tomchi sulfat kislotasi eritmasi qoʻshiladi. Soʻngra suv hammomida kristall choʻkmalar hosil boʻlguncha bugʻlatiladi. Yulduz shaklidagi ninasimon kristallarni mikroskopda koʻriladi va shakli laboratoriya daftariga chiziladi. $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kristallari toʻyingan ammoniy sulfat eritmasida eriydi. Bu reaksiyadan Ca^{2+} ni Sr^{2+} va Ba^{2+} kationlaridan ajratishda foydalaniladi:



1. Kalsiy kationining ammoniy oksalat bilan reaksiyasi (maxsus usuli).

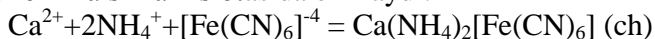
Kalsiy kationi ammoniy oksalat bilan oq kristall choʻkma hosil qiladi, choʻkma sirka kislotasida erimaydi. Bariy va stronsiy ionlari bu reaksiyani bajarishga halaqit beradi (3-jadvalga qarang):



Reaksiyani bajarish

Probirkaga 3 tomchi kalsiy tuzi eritmasidan solib, ustiga 1 tomchi sirka kislotasi eritmasi va 3 tomchi ammoniy oksalat eritmasidan tomiziladi. Oq kristall choʻkma hosil boʻladi.

2. Kalsiy kationining kaliy geksasianoferrat(II) bilan reaksiyasi. Kalsiy ionlari ammoniy tuzlari ishtirokida kaliy geksasianoferrat (II) bilan isitish natijasida oq kristall choʻkmani hosil qiladi. Choʻkma sirka kislotasida erimaydi:



Bu reaksiya kasrli usulda kalsiy ionini ochishda, hamda stronsiy va bariy kationlaridan ajratishda foydalaniladi.

Reaksiyani bajarish

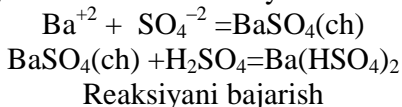
2 tomchi kalsiy tuzi eritmasiga 2 tomchi ammoniy xloridni toʻyingan eritmasidan tomiziladi va qaynaguncha suv hammomida isitiladi. Soʻngra ustiga yangi tayyorlangan kaliy geksasianoferrat (II) eritmasidan tomchilab qoʻshiladi. Oq kristall choʻkma hosil boʻlishi kuzatiladi.

3. Alanga rangini boʻyalishi (maxsus usuli). Kalsiyning uchuvchan tuzlari alangani qizil-gʻisht rangga boʻyaydi.

BARIY KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Sulfat-ionlari bilan reaksiyasi (maxsus usuli)

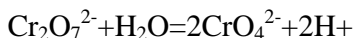
Bariy ioni sulfat ionlari bilan oq mayda kristall bariy sulfat choʻkmasini hosil qiladi, choʻkma kislotada va ishqorlarda erimaydi, lekin konsentrlangan sulfat kislotada eriydi:



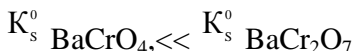
2–3 tomchi bariy tuzlarni eritmasiga, tomchilab sulfat kislotada yoki natriy sulfat eritmasidan qoʻshiladi. Oq mayda kristall choʻkma hosil boʻladi.

2. Dixromat ioni bilan reaksiyasi

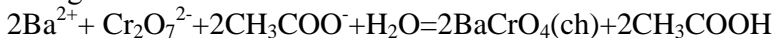
Kaliy dixromatning suvli eritmasi quyidagi muvozanatda boʻladi:



Bariy ioni ishtirokida sariq BaCrO_4 choʻkmasi hosil boʻladi, chunki:



Agarda, eritmaga atsetat ioni qoʻshsak, kimyoviy reaksiya muvozanatni oʻngga siljitadi va bariy xromat choʻkmasi toʻliq choʻkmaga tushadi:



Choʻkma sirka kislotada erimaydi. Stronsiy va kalsiy tuzlari bariy kationini ochishga halaqit bermaydi.

Reaksiyani bajarish

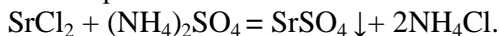
Probirkaga 5 tomchi bariy xlorid eritmasidan olinadi, ustiga 5 tomchi kaliy dixromat eritmasidan va 4–5 tomchi natriy atsetat eritmasidan qoʻshiladi. Sariq kristall choʻkma hosil boʻlishi kuzatiladi.

3. Alanga rangining boʻyalishi (maxsus usuli)

Uchuvchan bariy tuzlari alangani sargʻish-yashil rangga boʻyaydi.

STRONSIY KATIONINING SIFAT REAKSIYALARI

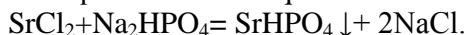
1. Sulfat kislota yoki gipsli suv bilan reaksiyasi. 1–2 ml. stronsiy tuzi eritmasidan olamiz va bir necha tomchi $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ yoki H_2SO_4 solsak oq cho‘kma hosil bo‘ladi:



Sitronsiy sulfat gipsli suvda cho‘kmaga tushishi mumkin. Vodorod ionlarining konsentratsiyasini katta chegarada o‘zgartirish mumkin. Faqatgina shuni e’tiborga olish kerakki, kuchli kislotali eritmalarda cho‘kma erib ketishi mumkin.

2. Alangani bo‘yash reaksiyasi. Stronsiyning uchuvchan tuzlari rangsiz alangada to‘q qizil rang hosil qiladi.

3. Natriy gidrofosfat bilan reaksiyasi. Natriy gidrofosfat stronsiy ioni bilan oq cho‘kma hosil qiladi:



3-jadval

III analitik guruh kationlarining analitik reaksiyalari

Reagentlar	Kationlar		
	Ca^{2+}	Sr^{2+}	Ba^{2+}
1	2	3	4
H_2SO_4 yoki sulfatlar	CaSO_4 oq cho‘kma Suyultirilgan mineral kislotalarda erimaydi	SrSO_4 oq cho‘kma	BaSO_4 oq cho‘kma
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ to‘yingan eritmasi	$[\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]^{2-}$ rangsiz eritma	SrSO_4 oq cho‘kma	BaSO_4 oq cho‘kma
$\text{Na}_2\text{CO}_3, \text{K}_2\text{CO}_3$	CaCO_3 oq cho‘kma Eritmaning yetarli konsentratsiyasidan cho‘kma hosil bo‘ladi	SrCO_3 oq cho‘kma	BaCO_3 oq cho‘kma
NaOH yoki KOH	$\text{Ca}(\text{OH})_2$ oq cho‘kma Eritmaning yetarli konsentratsiyasidan cho‘kma hosil bo‘ladi	$\text{Sr}(\text{OH})_2$ oq cho‘kma	$\text{Ba}(\text{OH})_2$ oq cho‘kma
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ + CH_3COOH	-	-	BaCrO_4 sariq cho‘kma

$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	CaC_2O_4 oq cho'kma, CH_3COOH da erimaydi	SrC_2O_4 oq cho'kma, CH_3COOH da qisman eriydi	BaC_2O_4 oq cho'kma, CH_3COOH da isitganda eriydi
$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]+\text{NH}_4\text{Cl}$	$\text{Ca}(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ oq cho'kma	-	-
“Gipsli suv” ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ to'yingan eritmasi)	-	SrSO_4 oq cho'kma	BaSO_4 oq cho'kma
Alanga bo'yalishi	rangini g'ishtsimon-qizil	qirmizi-qizil	sarg'ish-yashil

4-jadval

Kislota-asos klassifikatsiyasi bo'yicha I-III analitik guruh kationlarining suvda eriydigan tuzlari va asoslarining eruvchanligi

Ionlar	Na^+	K^+	NH_4^+	Ag^+	Pb^{2+}	Ca^{2+}	Ba^{2+}
OH^-	E	E	E	“-“	DE	O	DE
NO_3^-	E	E	E	E	E	E	E
Cl^-	E	E	E	DE	O	E	E
SO_4^{2-}	E	E	E	O	DE	O	DE
CO_3^{2-}	E	E	E	DE	DE	DE	DE
PO_4^{3-}	E	E	E	DE	DE	DE	DE
CH_3COO^-	E	E	E	E	E	E	E
S^{2-}	E	E	E	DE	DE	E	E

E- eriydigan (1g dan ortiq modda 100g suvda eriydi)

O - oz eriydigan (1g dan 0,001g gacha 100g suvda eriydi)

DE- deyarli erimaydi (0,001g 100g suvda eriydi)

“-“ - suvda parchalanadi

NAZORAT SAVOLLARI

1. III analitik guruh kationlariga qanday elementlar kiradi? Ular davriy sistemada qaysi guruhda joylashgan?
2. III analitik guruh kationlariga umumiy tavsif bering.
3. Analitik reaksiya sezgirligini to'rtta bog'lovchi o'lchami.
4. Kaliy dixromatning suvli eritmasida qanday ionlar muvozanat holatda bo'ladi?
5. Bariy ionining xromat ioni bilan aniqlash reaksiya tenglamalarini yozing. Nima uchun reaksiyani bajarishda natriy atsetat qo'shiladi?
6. Kalsiy sulfatning ammoniy sulfatida erish reaksiyalarini yozing va hosil bo'lgan cho'kmalarning xossalarini ko'rsating.
7. III analitik guruh kationining uchuvchan quruq tuzlari alan-gani rangini qanday rangga bo'yaydi?
9. Nima uchun qo'rg'oshin kationi bir vaqtning o'zida II va III analitik guruhga kiradi?
10. Kalsiy ionini aniqlash reaksiyalarini yozing va hosil bo'lgan cho'kmalarning xossalarini ko'rsating.

MUAMMOLI MASALALAR

1. III guruh kationlarining qaysilari guruh reaktivi bilan to'liq cho'kmaga tushmaydi va qisman eritmada qoladi?
2. Xromatlar va sulfatlar xossasidan foydalanib, III guruh kationlari qanday ketma-ketlikda ochiladi?

Nazorat eritma 1. I, II va III guruh kationlarining aralashmasi analizi I, II va III gr. kationlarining (eritma yoki cho'kmadagi) aralashmasining analiz sxemasi

Berilgan kontrol eritmada (cho'kma yoki cho'kmasiz) quyidagi kationlar K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} yoki ulardan ayrimlari bo'lishi mumkin. (Boshqa kationlar bo'lmaydi).

Kontrol eritmadan ozgina miqdor olib, bu eritma tarkibidan NH_4^+ ni topish uchun NaOH bilan reaksiyasini qilib ko'riladi. 2ml kontrol eritmaga (cho'kma yoki cho'kmasiz) aniqlash uchun 8–10 tomchi 6N HCl va shuncha miqdorda 6N H_2SO_4 qo'shiladi, aralastiriladi, suv hammomida qizdiriladi va 5 minut ichida sovutilib, sentrifuga qilinadi. To'liq cho'kkanligi tekshirilib, eritmani cho'kmadan ajratiladi.

↓	↓
Cho'kma A: BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , AgCl , PbSO_4 , Hg_2Cl_2 , PbCl_2	Eritma A: Birinchi grupp kationlaridan K^+ , Na^+ qisman Ca^{2+} , ortiqcha HCl va sulfat kislota.

Cho'kma bir marta sovuq suv bilan yuviladi, so'ngra PbCl_2 chiqib ketgunicha is-siq suv bilan yuvilib senti-
rifugalanadi.

Bu eritmadan ozgina olib Ca^{2+} ni NH_4OH . va ammoniy oqsalat bi-
lan aniqlanadi. Eritmaning qolgan
qismini analiz qilish uchun saqla-
nadi.

↓	↓
Cho'kma B: AgCl , Hg_2Cl_2 , PbSO_4 , BaSO_4 , SrSO_4 , (CaSO_4)	Eritma B: PbCl_2 eritmadan Pb^{2+} ni kaliy bixromat va natriy atsetati (bufer eritma) ishtirokida aniqlanadi.

Cho'kmadan oz miqdorda olib, simobni konsentrlan-
gan NH_3 bilan aniqlanadi.
Agar simob bo'lsa, cho'k-
maning hammasini 0,5n
 HCl va bromli suv bilan
(bir necha tomchi) suv
hammomida qizdirib ishla-
nadi, sentrifugalanadi.

Cho'kma S: AgCl, BaSO ₄ , SrSO ₄ , (CaSO ₄), PbSO ₄	Eritma S: Hg ₂ ²⁺
--	---

Cho'kma bir marta sovuq suv bilan yuvilib, so'ngra Ag⁺ batamom yo'qolgunicha NH₄OH bilan ishlov beriladi. Simob qalay(II) xlorid bilan aniqlanadi.

Cho'kma D: PbSO ₄ , BaSO ₄ , (CaSO ₄), SrSO ₄	Eritma D: [Ag(NH ₃) ₂] ⁺
--	---

Cho'kma D ni bir marta suv bilan yuvib, so'ng 2n NaOH eritmasi bilan yo'qolgunicha ishlov beriladi va sentrifugalanadi. Eritmadan KJ yoki HNO₃ reaksiyasi orqali Ag⁺ ni aniqlanadi.

Cho'kma E: BaSO ₄ , SrSO ₄ , CaSO ₄ ,	Eritma E: PbO ₂ ²⁻
--	--

Sulfatlarni karbonatlarga 4 marta 5 ml dan sodaning to'yingan eritmasi bilan suv hammomida qizdirish orqali o'tkaziladi. (Har gal cho'kmali eritma sentrifugalanib, eritmasi tashlab yuboriladi). Qo'g'oshinni CH₃COONa va kaliy bixromat bilan aniqlanadi.

Cho'kma J: BaCO ₃ , SrCO ₃ , (CaCO ₃)	Eritma J: Natriy sulfati va sodaning ortiqchasi tashlab yuboriladi.
---	---

Suv bilan yuviladi va 2n sirk kislotasining minimal miqdorida eritiladi.

Cho'kma Z: yo'qligi yoki aniqlanmasligi (BaSO_4 ning ozgina miqdori karbonatga aylanmaganligini ko'rsatadi).	Eritma Z: Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} (qisman)
--	---

Eritmaning ozgina qismini olib, NaAc va kaliy bixromat yordamida Ba^{2+} aniqlanadi. Ba^{2+} ning borligi aniqlansa, hamma eritmadagi bariyni to'liq cho'kkanligi tekshiriladi va sentrifugalanadi.

Cho'kma I: BaCrO_4	Eritma I: Sr^{2+} , ortiqcha miqdori K_2CrO_4
-----------------------------	--

Tashlab yuboriladi.

Ortiqcha miqdorda NaHCO_3 qo'shiladi, Ca^{2+} va Sr^{2+} cho'ktiliriladi va to'la cho'kkanligi tekshiriladi.

Cho'kma K: CaCO_3 , SrCO_3	Eritma K: Ortiqcha soda va K_2CrO_4 tashlab yuboriladi.
--	---

Cho'kmani suv bilan yuvib, minimal miqdordagi sirka kislotasi bilan eritiladi.

Cho'kma qolmadi.	Eritmada Sr^{2+} , (Ca^{2+})
------------------	--

Sr^{2+} ni gipsli suv bilan aniqlanadi. Ca^{2+} ni pH~9, ammoniy oqsalat yoki sariq qon tuzi bilan aniqlanadi.

(A) Eritmaning analizi

Eritmada Ca^{2+} , K^+ , Na^+ , NH_4^+ HCl va sulfat kislotasi.	
---	--

Agar Ca^{2+} aniqlangan bo'lsa, ishqoriy muhit bo'lgunicha ammiak qo'shiladi va kal'siy to'liq cho'kkunicha ammoniy oqsalat qo'shiladi.

Cho'kma: CaC_2O_4	Eritma: K^+ , Na^+ va ortiqcha miqdorda ammoniy oqsalat.
-----------------------------------	--

Konsentrlangan HNO_3 bilan kislotali muhitga o'tkaziladi va quruq holga kegunicha suv hammomida bo'g'lantiriladi. Quruq tuzni suv bilan 2 marta yuvib par-lantiriladi. So'ngra quruq tuzni yana suv bilan eritib, eritmadan uni ikki qismga bo'lib, kaliy va natriy aniqlanadi. Eritmada kaliy bor bo'lsa, eritmaning 2-chi qismidan bir tomchi olib unga 2–3 tomchi dist. suv qo'shib, natriyni ruxuranilatsetati yordamida aniqlanadi.

Olingan natijalar hisoboti yozilib, o'qituvchiga topshiriladi.

Laboratoriya ishi №4

IV GURUH KATIONLARI ANALITIK REAKSIYALARI

(Al³⁺, Cr³⁺, Cr⁶⁺, Zn²⁺, Sn²⁺, Sn⁴⁺, As³⁺, As⁵⁺)

Guruh reagenti - 2 mol/dm³ NaOH eritmasidan ortiqcha olib boriladi.

IV guruh kationlariga umumiy tasnif. Bu guruh kationlarining nitratlari, xloridlari, sulfatlari suvda eriydi. IV guruh kationlari Cr³⁺, Cr⁶⁺ dan tashqari barchasi rangsiz eritma, Cr³⁺ ko'k binafsha ranglidir. Cr⁶⁺ ishqoriy muhitda CrO₄²⁻ (sariq), kislotali muhitda esa qizil ranglidir.

IV guruh kationlarining fosfatlari va karbonatlari suvda kam eriydi. Bu guruh kationlari kuchli ishqoriy sharoitda gidrokso-komplekslar va anionlar hosil qiladi: [Al(OH)₄]⁻, [Al(OH)₆]³⁻, [Cr(OH)₆]³⁻, [Zn(OH)₄]²⁻, SnO₂²⁻, SnO₃²⁻, AsO₂⁻ AsO₃³⁻ va AsO₄³⁻ Al³⁺, Cr³⁺ gidroksidlari ammiak eritmasida erimaydi, rux esa [Zn(NH₃)₄]²⁺ kompleks ionni hosil qiladi.

Guruh reagentining ta'siri.

Guruh reagenti NaOH ishtirokida Al³⁺, Zn²⁺ ionlari gidrokso-komplekslar, xrom (III) esa oksidlanib CrO₄²⁻ ionlarini hosil qiladi:



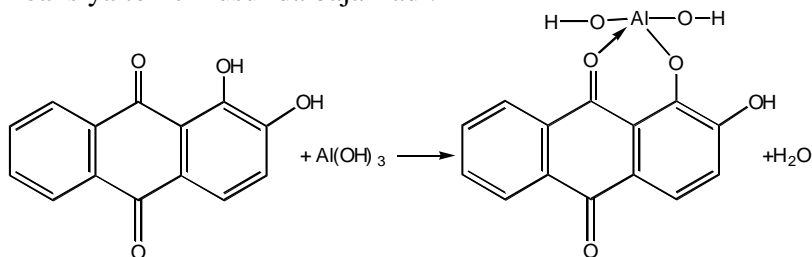
Reaksiyani bajarish

3 ta probirka olib, birinchisiga bir nechta tomchi aluminiy (III), ikkinchi probirkaga rux (II), uchinchisiga xrom (III) tuzi eritmasidan soling. Hamma probirkaga natriy gidroksididan qo'shib, oq amorf Al(OH)₃, Zn(OH)₂, Cr(OH)₃ ko'k binafsha rangli cho'kma hosil bo'lishini kuzating. Ortiqcha ishqor eritmasidan qo'shish bilan ular erib ketadi. NaCrO₂ ustiga bir necha tomchi H₂O₂ qo'shib, suv hammomida isitiladi. 5-7 minutdan keyin sariq rangli CrO₄²⁻ ni hosil qiladi.

ALUMINIY KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Ishqor va ammiak eritmasi bilan reaksiyasi (guruh reagentining ta'siriga qarang).

2. Alizarin – 1,2 dioksiantraxinon bilan reaksiyasi. Aluminium kationi alizarin va uning hosilalari bilan ammiakli sharoitda kam eriydigan, sirka kislotasi ta'siriga nisbatan barqaror bo'lgan, qizil rangli "aluminium loki"ni hosil qiladi. Bu reaksiyani bajarishga xrom, rux, qalay (II), temir (III) ionlari halaqit beradi. Aluminium ioni kuchsiz ishqoriy sharoitda alizarin bilan ichki kompleks birikmasini hosil qilib, bunda aluminium to'rt valentli bo'ladi. Reaksiya tomchi usulida bajariladi.

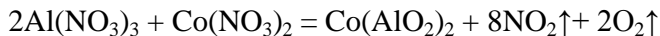


Reaksiyani bajarish

Filtr qog'oziga kapillyar yordamida 1–2 tomchi aluminium tuzi eritmasidan tomizib, 1–2 min konsentrlangan ammiak eritmasi saqlangan idish og'ziga qo'ying. Al^{3+} $\text{Al}(\text{OH})_3$ ga o'tadi. So'ngra bir tomchi alizarin tomizib, qaytadan ammiak saqlangan idish og'ziga qo'ying. Hosil bo'lgan dog' siyoh rangga bo'yaladi. Qog'ozni quritib 2mol/dm³ sirka kislotasi bilan ho'llab, gorelka alangasida quriting. Tog' qizg'ish rangga bo'yaladi.

3. Kobalt (II) nitrati bilan reaksiyasi (maxsus usuli).

Kobalt nitratni aluminium tuzlari bilan kuydirilishi natijasida "Tenar ko'ki" deb ataluvchi ko'k rangli kobalt aluminatni hosil qiladi:



Reaksiyani bajarish

Filtr qog'oziga tartib bilan 1–2 tomchidan aluminium va kobalt nitrati tuzlari eritmasidan tomiziladi. Qog'oz quritiladi va yondiriladi. $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2$ ning hosil bo'lishi bilan bog'liq bo'lgan kulning rangiga e'tibor bering.

4. 8-oksixinolin bilan reaksiyasi. Magniy ionlaridan ko'ra aluminium 8-oksixinolin bilan yashildan sariqqa o'tadigan rangli

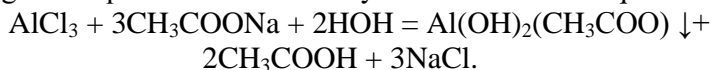
kristall choʻkma hosil qiladi. Aluminiy oksixinolyat bilan pH=5 muhitda atsetatli bufer aralashmasida oʻtkaziladi.

5. Natriy monogidrofosfat bilan reaksiyasi. Aluminiy kationi bu yerda aluminiy fosfat oq choʻkma hosil qiladi:

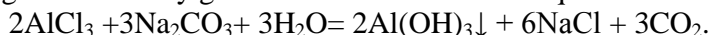


Mineral kislotada va ishqor eritmalarida eriydi. Ammiak va sirka kislotada erimaydi.

6. Natriy atsetat bilan reaksiyasi. Natriy atsetat taʼsir ettirib qizdirganda oq choʻkma – aluminiy dioksiatsetat hosil qiladi:



7. Natriy, kaliy va ammoniy karbonatlar bilan reaksiyasi. Ishqoriy metall karbonatlari va ammoniy aluminiy tuzlari bilan qizdirganda aluminiy gidroksid choʻkmasini hosil qiladi:

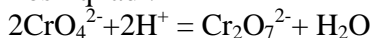


XROM(III) KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Ishqor va ammiak eritmasi bilan reaksiyasi (guruh reagentining taʼsiriga qarang).

2. Xrom (III) ionini xromat ionigacha oksidlanishi reaksiyasi (guruh reagentining taʼsiriga qarang). Perxromat kislotasining hosil boʻlishi reaksiyasi.

Xromat ionini – vodorod peroksidning sulfat kislotali erimtasida nadxrom kislotasini hosil qiladi:



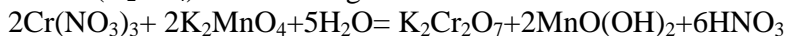
Perxromat kislotasining suvdagi eritmasi turgʻun emas. Baʼzi organik erituvchilarda uning turgʻunligi sezilarli darajada ortadi. Reaksiya xususiy boʻlib, hamma analitik guruh kationlari ishtirokida ham oʻtkazish mumkin.

Reaksiyani bajarish

Avvalgi tajribada hosil qilingan xromat eritmasi qaynatilib, sovuq suv oqimida sovitiladi. Ustiga 5 tomchi vodorod peroksid,

0,5 sm 3 amil spirti yoki efir qo‘shib, 1:4 nisbatda suyultirilgan sulfat kislotadan tomizing. Organik qatlam ko‘k rangli bo‘ladi.

3. Xrom (III) ioni KMnO_4 eritmasi yordamida kislotali muhitda (H_2SO_4) xromat ionigacha oksidlanadi:



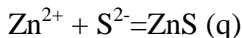
4. Xrom (III) ioni EDTA yordamida kuchsiz kislotali muhitda ko‘k rangli mustahkam kompleks birikma hosil qiladi:



RUX KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Ishqor va ammiak eritmasi bilan reaksiyasi (guruh reagentining ta’siriga qarang)

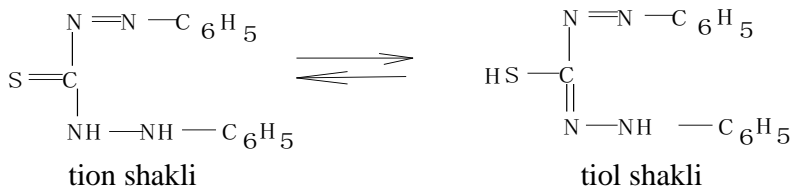
2. Ammoniy sulfid bilan reaksiyasi (maxsus usuli). Neytral, kuchsiz ishqoriy yoki kuchsiz kislotali sharoitda ($2 \leq \text{pH} \leq 9$) rux ioni ammoniy sulfidi bilan oq cho‘kma (ZnS) hosil qiladi. Odatda reaksiya sirka kislotali sharoitda olib boriladi, bunda boshqa kationlar halaqit bermaydi:



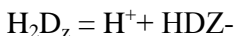
Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 2–3 tomchi rux tuzi eritmasidan solib, ustiga 1–2 tomchi yangi tayyorlangan ammoniy sulfid eritmasidan tomizing. Oq cho‘kma hosil bo‘ladi.

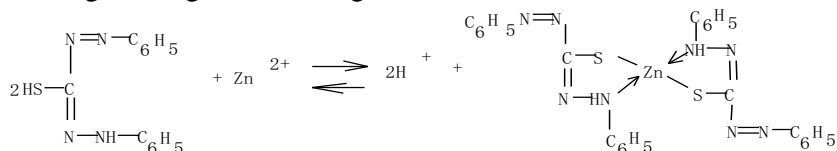
3. Ditizon (difeniltiokarbazon) bilan reaksiyasi. Rux ioni ditizon bilan ichki kompleks birikmani hosil qiladi. Xloroform bilan pH 2,5–10 orasida ekstraksiya qilinsa, organik qatlam qizil rangli bo‘ladi.



Tiol shakli eritmalarda o‘zini bir asosli kislotalar kabi tutadi:



Metall kationlari unda bitta yoki ikkita vodorodning o'rnini olishi mumkin. Bitta vodorod o'rnini almashgan ditizonatlar kislotali sharoitda, ikki vodorodini almashtirganlari esa ishqoriy sharoitda yoki reagent yetishmagan hollarda hosil bo'ladi. Rux ditizonatining hosil bo'lishi tiol shaklidagi proton va ikkilamchi aminoguruhdagi azot hisobiga boradi:



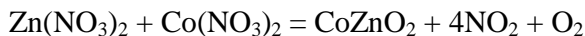
Reaksiya xususiy emas, chunki xuddi shunday sharoitda Pb^{2+} , Cd^{2+} va boshqa ditizonatlar ekstraksiyalanadi.

Reaksiyani bajarish

Probirkaga 5-10 tomchi rux tuzi eritmasidan olib, ustiga 5 tomchi ditizonning xloroformdagi eritmasidan tomizing. Probirkani chayqating. Xloroform qatlami qizil rangga bo'yaladi.

4. Rinman ko'kini hosil bo'lish reaksiyasi.

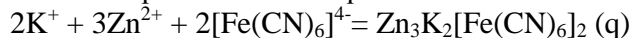
Rux nitrat tuzi kobalt tuzi bilan qattiq fazada qizdirilganda ko'k rangli – "Rinman ko'ki" hosil bo'ladi:



Reaksiyani bajarish

5 tomchi rux nitrat eritmasiga 5 tomchi kobalt nitrat eritmasidan tomizing. Eritmani aralashtirib, 1 min. qaynatiladi. Issiq eritma bilan filtr qog'ozi ho'llanib, gorelka alangasida quritiladi, so'ngra yondiriladi. Yashil rangli kulning hosil bo'lishi rux ionini boriligini ko'rsatadi.

5. Kaliy geksatsianoferrit (II) bilan reaksiyasi (maxsus usuli). Rux ionini kaliy geksatsianoferrit eritmasi bilan neytral yoki sirka kislotali sharoitda oq cho'kma hosil qiladi:



Temir (II, III) reaksiyani bajarishga halaqit beradi.

Reaksiyani bajarish

Probirkaga 5–10 tomchi rux tuzi eritmasidan solib, ustiga 5–8 tomchi reaktivdan tomizing va qaynaguncha isiting. Oq cho'kmaning hosil bo'lishini kuzating.

XROM(VI) IONINING ANALITIK REAKSIYALARI

Xromat ioni o'ziga xos sariq rangga ega.

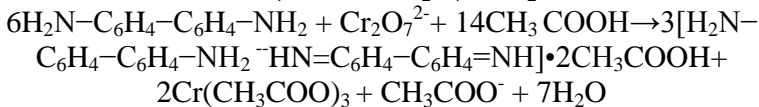
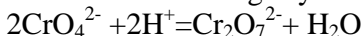
1. Benzidin bilan reaksiyasi. Benzidin- $C_{12}H_8(NH_2)_2$ olti valentli xrom ioni bilan sirka kislota ishtirokida hosil bo'ladigan maxsulot benziden ko'ki deyiladi. U ko'k rang hosil qiladi. Bu reaksiya xrom 6 ionini aniqlashda reagent sifatida ishlatiladi.

Reaksiyaning bajarilishi

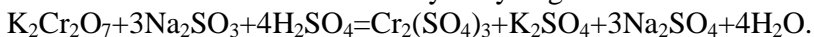
Reaksiya tomchi usulida amalga oshiriladi. Xrom(III) ionlari vodorod peroksid yoki natriy peroksid ishtirokida oksidlab CrO_4^{2-} ioniga aylantiriladi. Vodorodperoksid bilan hosil qilingan eritma tomchisi kapilyar orqali filtr qog'ozga solinadi va unga bir tomchi benzidin atsetat tomiziladi. Shunda, filtr qog'oz ko'karadi. Reaksiyada 0,25 mkg. gacha xrom(VI) aniqlash mumkin. Suyultirish chegarasi 1:200000.

Soat oynasiga tekshirilayotgan eritmadan 3–5 tomchi solinadi va unda 3–5 tomchi H_2O_2 qo'shib aralashtiriladi. Bunda Cr^{3+} ionlari Cr^{6+} gacha oksidlanadi. Aralashmani 2–3 tomchi suv bilan suyultirib cho'kma aralash eritmadan kapilyar yordamida olinadi. Kapilyarning uchini filtr qog'ozga tegizib turiladi va qog'ozda kengligi bir necha millimetrli suvli dog' hosil bo'lguncha ushlab turiladi. Bu suvli dog'da CrO_4^{2-} ionlari, cho'kmada esa turli gidroksidlar bo'ladi. Kapilyarga benziden eritmasidan olib qog'ozda hosil bo'lgan ho'l dog' atrofini u bilan chiziladi. Agar tekshirilayotgan eritmada xrom bo'lsa, dog' atrofida ko'k halqa hosil bo'ladi. Reaksiya tenglamasi:

Kislotali muhitda xromat dixromatga aylanadi:

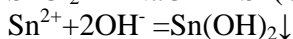
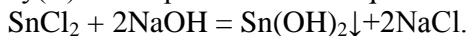


2. Cr(VI)ning Cr(III) ga qaytarilish reaksiyasi. Cr(VI)ning Cr(III) ga qaytarilish turli xil qaytariluvchilar ishtirokida amalga oshirilishi mumkin. Sulfidlar, natriy sulfit, etil spirti, ikki valentli temir bilan kislotali muhitda reaksiya kuyidagicha bo'ladi:

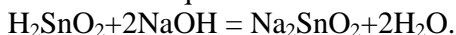


QALAY(II) KATIONNING ANALITIK REAKSIYALARI

1. O'yuvchi ishqorlar bilan reaksiyasi. O'yuvchi ishqorlar bilan qalay(II) ioni oq cho'kma hosil qiladi Sn(OH)_2 :

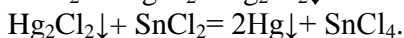
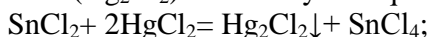


Kislota va ishqorlarda erib stannitlar hosil qiladi:



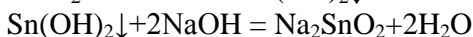
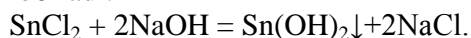
2. Sn(II) oksidlanish reaksiyasi. Standart potentsiali $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}$ ning +0,15 V ga teng. Bu qalay kuchli qaytaruvchilik xususiyatiga egaligini bildiradi.

a). Simob(II) xloridning qaytarilishi. 2–3 tomchi Sn^{2+} eritmasiga 1–2 tomchi HgCl_2 . qo'shamiz, oq cho'kma hosil bo'ladi. (Hg_2Cl_2) cho'kma yaltiroq kumushsifat bo'lib turadi:

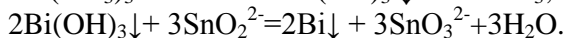
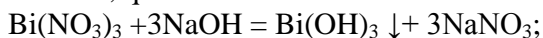


Bu reaksiya simob (II) ioni uchun spetsifik hisoblanadi. Ahamiyatlisi, qalay (II) ionini topishda foydalaniladi.

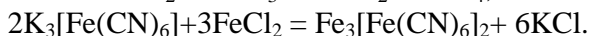
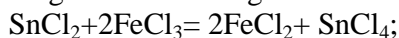
b). Vismutning qaytarilishi. Buning uchun 2 tomchi SnCl_2 eritmasidan foydalaniladi. Sovuq eritmaga 8–10 tomchi 2 n. NaOH yoki KOH qo'shiladi. Bunda dastlab cho'kma tushadi va stannitlar hosil bo'ladi:



Hosil qilingan ishqor eritmasiga vismut tuzining eritmasi tomchilatib solinadi, qora vismut metalli cho'kadi:

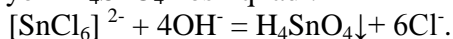


v). Temir(III) ning temir(II)ga qaytarilishi. Temir (II) tuzining bir necha tomchisidan olib, 2 n li vodorod xlorid kislotaga va $\text{K}_3[\text{Fe(CN)}_6]$ solinadi. Hosil bo'lgan eritmaga qalay 2 tuzidan qo'shamiz. Bunda ham to'q ko'k rangli cho'kma hosil bo'ladi. Bu trunbul ko'ki deyiladi. Reaksiya quyidagi tenglama bilan amalga oshiriladi:

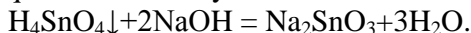


QALAY(IV) KATIONNING ANALITIK REAKSIYALARI

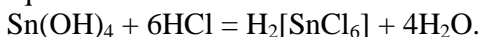
1. O'yuvchi ishqor va ammiak bilan reaksiyasi. O'yuvchi ishqor va ammiak qalay ionlari bilan iviq oq cho'kma ortoqalay kislotasi $\text{Sn}(\text{OH})_4$ yoki H_4SnO_4 hosil qiladi:



Cho'kma ishqorli muhitda eriydi va stannatlar hosil qiladi:



U konsentrlangan xlorid kislotada eriydi va bunda kompleks birikmalar hosil qiladi:

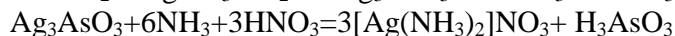
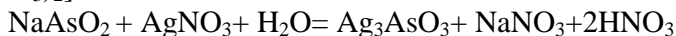


2. Qalay (IV)ning qalay (II)ga qaytarilishi. Metall holatdagi temir qalay (IV)ni qalay (II)ga qaytaradi, lekin metall holatgacha qaytarmaydi. Magniy yoki aluminiy eritmada kislotasi yetishmovchiligi natijasida kumushsimon qalay cho'kmasini hosil qiladi. Bir necha tomchi konsentrlangan HCl kislotasi qalay(II) hosil bo'lishiga olib keladi.

MISHYAK(III) KATIONNING ANALITIK REAKSIYALARI

Mishyak (III) eritmada quyidagi anionlar ko'rinishida mavjud. - AsO_3^{3-} va AsO_2^- .

1. Kumush nitrat bilan reaksiyasi. Kumush nitrat mishyak (III) bilan sariq cho'kma Ag_3AsO_3 hosil qiladi. Nitrat kislotasida va ammiakda eriydi. Oxirgi bosqichda kompleks ion - $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ hosil bo'ladi:



2. Yod eritmasi bilan reaksiyasi. Bunda yod eritmasi neytral yoki kuchsiz ishqoriy sharoitda AsO_2^- ni AsO_4^{3-} gacha oksidlaydi: $\text{AsO}_2^- + \text{J}_2 + 2\text{H}_2\text{O} = \text{H}_2\text{AsO}_4^- + 2\text{H}^+ + 2\text{J}^-$

Boshqa oksidlovchilardan ham foydalanishimiz mumkin masalan brom, xlor va hokazolar ham qaytarishi mumkin.

MISHYAK(V) KATIONNING ANALITIK REAKSIYALARI

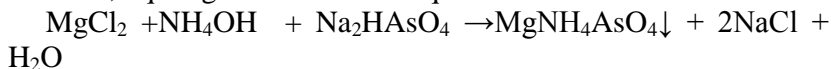
Mishyak besh valentlilikni hosil qiladi AsO_4^{3-} (yoki HAsO_4^{2-}).

1. Kumush nitrat bilan reaksiyasi. Kumush nitrat mishyak(V) bilan to'k jigarrang cho'kma Ag_3AsO_4 hosil qiladi, cho'kma nitrat kislotasi va ammiakda eriydi.

2. Kaliy yodid bilan reaksiyasi. Kaliy yodidni elementar yodgacha oksidlaydi. Natijada, eritma qo'ng'irlashadi. Bu reaksiya yod va mishyak (III) ning reaksiyasining teskarisidir. Reaksiyani o'ngga siljitish uchun katta miqdordagi vodorod ionlari eritmada talab qilinadi.

3. Molibden suyuqligi bilan reaksiyasi. Molibden suyuqligi nitrat kislotasida molibdat ammoniy $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ NH_4NO_3 ishtirokida sariq kristall cho'kma $(\text{NH}_4)_3\text{AsO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ hosil qiladi. Cho'kma ishqorda oson eriydi.

4. Magnezial aralshma bilan mishyak (V) tuzlari ishqoriy muhitda, oq rangli cho'kma hosil qiladi.



5-jadval

IV ANALITIK GURUH KATIONLARINING ANALITIK REAKSIYALARI

Reagent	Kationlar				
	Al^{3+}	Cr^{3+}	Zn^{2+}	Sn^{2+}	As^{3+}
1	2	3	4	5	6
Ishqor eritmasi	$\text{Al}(\text{OH})_3$ (q) Oq	$\text{Cr}(\text{OH})_3$ (q) Ko'k- binafsha	$\text{Zn}(\text{OH})_2$ (q) oq	$\text{Sn}(\text{OH})_2$ (q) oq	$\text{As}(\text{OH})_3$ (q) oq
Ishqor eritmasidan ortiqcha qo'shilsa gidroksokomplekslar hosil qiladi					
NaOH (ort.) + H_2O_2	$[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ $[\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}$ rangsiz	CrO_4^{2-} sariq	$[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{-2}$ rangsiz	$\text{Sn}(\text{OH})_4$	AsO_4^{3-}

NH ₃	Al(OH) ₃ (q) Oq	Cr(OH) ₃ (q) Ko'k- binafsha	[Zn(NH ₃) ₄] ²⁺	Sn(OH) ₂	As(OH) ₃
Na ₂ CO ₃	Al(OH) ₃ (q) Oq	Cr(OH) ₃ (q) Ko'k- binafsha	(ZnOH) ₂ CO ₃ oq	Sn(OH) ₂	As(OH) ₃
Na ₂ HPO ₄	AlPO ₄ (q) Oq	CrPO ₄ (q) yashil	ZnHPO ₄ (q) oq	-	-
H ₂ S	Al(OH) ₃ (q)	Cr(OH) ₃ (q)	ZnS (q) oq	SnS	As ₂ S ₃
Alangan- ing bo'yashi	Bo'yalmay di	Bo'yalma ydi	Bo'yalma ydi	-	-
Sifat reaksiya- lari	Alizarin	H ₂ CrO ₆	CoZnO ₂ ZnS (q)	Oksi- dlovchilar HgCl ₂	Molibden suyuqligi, magnezial aralashma

NAZORAT SAVOLLARI

1. IV guruh tarkibiga kiruvchi kationlarini va ularning guruh reagentini keltiring.
2. IV guruh kationlari gidroksidlari qanday rang bo'ladi?
3. IV guruh gidroksidlari nimada eriydi va bunda qanday birikmalar hosil bo'ladi? Reaksiya tenglamalarini yozing.
4. IV guruhdagi qaysi kation ammiak bilan kompleks ion hosil qiladi?
5. IV guruhdan oksidlanish-qaytarilish xossasini namoyon qiluvchi kationlarni ayting. Ularga guruh reagenti qanday ta'sir ko'rsatadi?
6. Xrom (III) ionini ishqoriy sharoitda vodorod peroksid bilan oksidlanish reaksiyasi tenglamasini yozing.
7. IV guruh kationlarining qaysi biri rangli?
8. Xrom (III) ionini aniqlashda qanday maxsus reaksiyadan foydalaniladi?

9. Xromat va dixromat-ionlarning rangi qanday? Ularning bir biriga o'tish reaksiyasi tenglamasini yozing.

10. Qaysi kationni aniqlash uchun organik reagent – alizarin qo'llaniladi?

11. IV guruhdan qaysi kationni aniqlash uchun ditizon ishlatiladi?

12. Nima uchun xrom (III) ionini perxromat kislotasi hosil bo'lishi bilan aniqlashda izoamil spirti yoki efir qo'shiladi?

13. IV guruh kationlari aralashmasiga natriy gidroksidi, vodorod peroksidi qo'shib isitilgandan so'ng qanday reaksiya ketadi? Eritmaning rangi o'zgaradimi?

MUAMMOLI MASALALAR

1. Murakkab aralashmadan IV guruh kationlarini aniqlash.

2. Aluminiyning neytral muhitda alizarin bilan aniqlashning analitik samarasi salt tajribadan farq qilmaydi. Aluminiy alizarinatning qizil dog'i filtr qog'ozini ammiak bug'lari bilan to'yintirgandagina hosil bo'ladi. Kuzatiladigan natijani kimyoviy reaksiya tenglamasi bilan asoslang.

Laboratoriya ishi №5

V GURUH KATIONLARINING ANALITIK

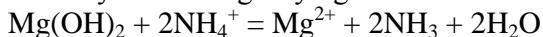
REAKSIYALARI

(Fe²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Bi³⁺, Mg²⁺, Sb³⁺, Sb⁵⁺)

Guruhning umumiy tavsifi

Magniy, marganes, temir (II) va temir (III), vismut(III), surma(III) va (V)ning nitrati, xloridi, sulfatlari suvda eruvchan. Temir(III)ning suyultirilgan eritmasi sarg'ish-qo'ng'ir rangli, qolgan kationlarning eritmaları rangsiz bo'ladi. Vismut (III) va surma ionlari suvli eritmasida gidrolizlanadi. Shuning uchun kislotali eritmaları ishlatiladi. Ular konsentrlangan xlorid kislota bilan kompleks anionlar hosil qiladi: [BiCl₆]³⁻.

V guruh kationlarining karbonat va fosfatlari suvda kam eriydi. Shu guruh kationlarining gidroksidlari asos xossasiga ega bo'lib, ishqor va ammiak eritmalarida erimaydi. Ammo, mineral kislotalar (HNO₃, HCl, H₂SO₄)da yaxshi eriydi. Magniy gidroksidi ammoniy tuzlarining to'yingan eritmasida eriydi:



V guruh kationlari (magniydan tashqari) oksidlanish-qaytarilish reaksiyasiga kirishadi: masalan, Mn²⁺ kationini ochish uchun kislotali sharoitda natriy vismutat ta'sir ettiriladi.

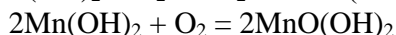
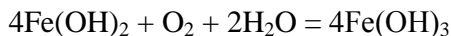
Ishqoriy sharoitda, vodorod peroksid ishtirokida Mn(II), Fe (II), Bi(III) va Sb(III) oksidlanib, ularning oksidlanish darajasi Mn (IV), Fe (III), Bi(V) va Sb(V)ga o'tadi.

V guruh kationlari noorganik (Cl-, F-, NCS- va boshqalar) va organik ligandlar bilan kompleks birikmalar hosil qiladi.

Guruh reagentining ta'siri

V guruh kationlarining eritmasiga 2N NaOH eritmasi ta'sir etilganda V guruh kationlari kam eriydigan gidroksidlar hosil qiladi.

Temir (III) qizg'ish-qo'ng'ir va qolgan kationlari rangsiz, vismut (III) gidroksidini isitsak, sariq rangga o'tadi va BiO(OH), SbO(OH) va SbO₂(OH)ni hosil qiladi. Marganes (II) va temir(II) gidroksidlari havodagi kislorod bilan oksidlanadi:



Vodorod peroksid ishtirokida guruh reagentining ta'siri

$\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Mn}(\text{OH})_2$, cho'kmalari $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$ cho'kmalaridan farq qilib, to'yingan ammoniy xlorid eritmasida eriydi. $\text{MnO}(\text{OH})_2$ cho'kmasi $\text{Mn}(\text{OH})_2$ cho'kmasidan farq qilib, u suyultirilgan mineral kislotalarda erimaydi. Bu xossasidan kationlarning aralashmasi tahlilida foydalaniladi.

Reaksiyani bajarish

A) Probirkaga (5 ta) magniy, marganes (II), temir (II), temir (III), vismut (III) tuzi eritmalariga 3–4 tomchi suv va natriy gidroksid eritmasidan tomchilab qo'shiladi toki cho'kma hosil bo'lguncha va cho'kmaning rangi kuzatiladi. Cho'kmani eritmadan sentrifugalab ajratiladi. Cho'kmani nitrat va konsentrlangan ammiak eritmasida eruvchanligi kuzatiladi.

Magniy va marganes (II) gidroksid cho'kmalarining ammoniy xloridning to'yingan eritmasi ta'sirida erishini kuzating.

B) Temir (II) va marganes (II) gidroksidlari cho'kmasiga 2–3 tomchi suyultirilgan natriy gidroksid eritmasidan va vodorod peroksid qo'shilganda cho'kmaning rang o'zgarishi kuzatiladi.

$\text{MnO}(\text{OH})_2$ qora-qo'ng'ir cho'kmasi ammoniy xloridning to'yingan eritmasi va suyultirilgan nitrat kislotalada erimasligi kuzatiladi.

MAGNIY KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

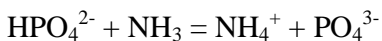
Ishqoriy metall gidroksidlari va ammiak bilan reaksiyasi (guruh reagentining ta'siri, umumiy tushunchasiga qarang).

1. Natriy gidrofosfat bilan mikrokrystaloskopik reaksiyasi (maxsus usuli).

Natriy gidrofosfatga ammoniy tuzi, ammiak (bufer eritmasi) va magniy kationi ta'sir ettirilsa, oq kristall cho'kma hosil bo'ladi:



Ammoniy tuzlari, magniy gidroksid cho'kmasi hosil bo'lishining oldini olish uchun, ammiak esa gidrofosfat HPO_4^{2-} ionidagi vodorod ionlarini bog'lash uchun qo'shiladi:



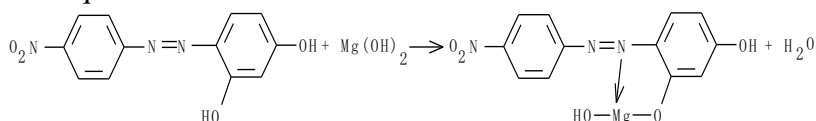
Ammiak qo‘shilmaganda MgHPO_4 amorf cho‘kmasi hosil bo‘ladi. NH_4MgPO_4 cho‘kmasi kuchli kislotalar, sirka kislotasida ham eriydi. I guruh kationlaridan tashqari hamma analitik guruh kationlari reaksiyaning borishiga halaqit beradi.

Reaksiyani bajarish

Probirkaga magniy tuzi eritmasidan tomchilatib ustiga NH_4Cl va natriy gidrofosfat, so‘ngra bir tomchi ammiak eritmasi qo‘shiladi. Eritmaning loyqalanishi kuzatiladi. Probirkadagi aralashmadan buyum oynasiga tomizilib mikroskop ostida kristallar shakli kuzatiladi.

2. Magnezon I (4-azo(4-nitrofenil) 1,3 dioksibenzol) bilan reaksiyasi

Magnezon I ishqoriy sharoitda qizil rangli bo‘lib, magniy gidroksid bilan $\text{pH} > 10$ sharoitda ko‘k rangli adsorbsion birikma hosil qiladi:



Kuchsiz asos hosil qiluvchi barcha kationlar mazkur reaksiyaga halaqit beradi.

Reaksiyani bajarish

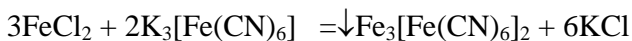
Buyum oynasiga magniy tuzi eritmasidan bir tomchi va magnezon (I) ishqoriy eritmasidan tomiziladi. Bunda ko‘k rangli cho‘kma yoki xavo rangli eritma (konsentratsiyasi kam bo‘lsa) hosil bo‘ladi.

TEMIR (II) KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Ishqor va ammiak bilan reaksiyasi (yuqorida keltirilgan guruh reaktivining ta‘siriga qarang).

2. Kaliy geksatsianoferrat bilan reaksiyasi (maxsus usuli).

Temir(II) kationi kaliy geksatsianoferrat bilan kislotali sharoitda to‘q ko‘k rang (trunbul ko‘ki) cho‘kmasini hosil qiladi:



Reaksiyani bajarish

Probirkaga 2–3 tomchi temir (II) sulfat eritmasi, 4–5 tomchi distillangan suv, 1–2 tomchi xlorid kislotasi va 2 tomchi kaliy geksatsianoferrat qo‘shiladi. To‘q ko‘k rangli cho‘kma hosil bo‘ladi (pH=2–3).

3. Temir (II) dan temir (III) gacha oksidlanishi. Analizda tez temir(II) dan temir (III) ga o‘tkazish talab qilinadi. Oksidlash oson qizdirish va 1–3 tomchi vodorod peroksid yoki nitrat kislotasi yordamida amalga oshiriladi.

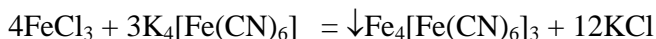


4. Dimetilglioksim bilan reaksiyasi. Probirkaga 1–2 tomchi temir(II) tuzidan solamiz, 1–2 tomchi ammiak 2–3 tomchi dimetilglioksimning spirtili eritmasidan solinadi. Pushti rangli kompleks – temir dimetilglioksimat hosil bo‘ladi.

TEMIR (III) KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Ishqor va ammiak bilan reaksiyasi (yuqorida keltirilgan guruh reagentining ta’siriga qarang).

2. Kaliy geksatsianoferrit bilan reaksiyasi (maxsus usuli). Temir(III) kationi kaliy geksatsianoferrit bilan kislotali sharoitda (pH=2–3) to‘q ko‘k rangli “Berlin lazuri” cho‘kmasini hosil qiladi:



Bu reaksiyani bajarish uchun oksidlovchi va qaytaruvchilar halaqit beradi.

Reaksiyani bajarish

Probirkaga 2–3 tomchi temir (III) sulfat eritmasi, 3–4 tomchi distillangan suv, 1–2 tomchi xlorid kislotasi va 2 tomchi kaliy geksatsianoferrit eritmasi qo‘shiladi. To‘q ko‘k rangli cho‘kma hosil bo‘ladi.

3. Tiotsianat (anioni) bilan reaksiyasi (maxsus usuli).

Temir(III) kationi tiotsianat ioni bilan kislotali sharoitda (pH=3) qizil rangli kompleks ion hosil qiladi. Tiosianat anioni konsentrasiyasiga ko‘ra, quyidagi ionlar hosil bo‘lishi mumkin: $[\text{Fe}(\text{NCS})]^{2+}$, $[\text{Fe}(\text{NCS})_2]^+$ va hokazolar $[\text{Fe}(\text{NCS})_6]^{3-}$ gacha. Bu

reaksiyani bajarish uchun oksidlovchi, qaytaruvchi, simob (II), temir (II) ionlari halaqit beradi.

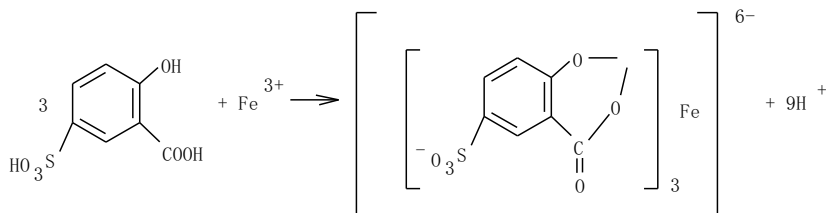


Reaksiyani bajarish

Probirkaga 2–3 tomchi temir (III) tuzi eritmasiga 4 tomchi distillangan suv va 2–3 tomchi ammoniy yoki kaliy tiotsianat eritmasi qo‘shiladi. Qizil rangli eritma hosil bo‘ladi.

4. Sulfasalitsil kislota bilan reaksiyasi (maxsus usuli).

Sulfasalitsil kislota Fe^{3+} ionini bilan pH sharoitga qarab, har xil komplekslar hosil qiladi. pH=9-11 bo‘lganda eng turg‘un uch sulfasalitsilat anionli kompleksi hosil bo‘ladi:



Reaksiyani bajarish

5 tomchi temir (III) tuzi eritmasiga 10 tomchi sulfasalitsil kislota eritmasi va 0,5 sm3 konsentrlangan ammiak eritmasi qo‘shiladi. Eritma sariq rangga bo‘yaladi. Kislotali sharoitda esa (1sm3 HCl 1:1) qizil rangli, bir ligandli kation kompleks hosil bo‘ladi.

5. Natriy monogidrofosfat bilan reaksiyasi. Temir uch kationlarining natriy monogidrofosfat bilan och sariq cho‘kma hosil qiladi.

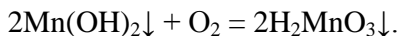


Cho‘kma mineral kislotalarda eriydi, lekin sirka kislota va ishqor eritmalarda erimaydi.

MARGANES(II) KATIONING ANALITIK REAKSIYALARI

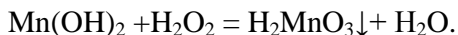
**Marganes ionining xarakterli oksidlanish –qaytarilish
reaksiyalari.**

1. O'yuvchi natriy ishqori bilan reaksiyasi. Ikki valentli marganes bilan reaksiyasida oq cho'kma hosil qiladi. Bu marganes gidroksidi u asta sekin havoda oksidlanib ketadi:

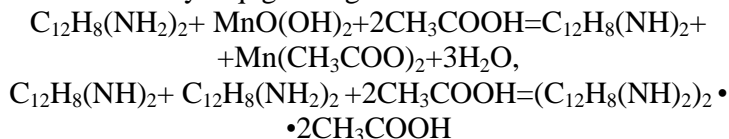


Hosil bo'lgan cho'kmaga bir necha tomchi vodorod peroksid qo'shganimizda o'sha zahoti qo'ng'ir-qora rangga kiradi. Marganes(II) H_2MnO_3 ga o'zgarishi natijasida sodir bo'ladi.

2. H_2O_2 bilan reaksiyasi. Marganes ionining xarakterli reaksiyalaridan biri. Ular ishqoriy muhitda H_2O_2 bilan o'zaro reaksiyasi hisoblanadi. Reaksiya natijasida rangsiz marganes(II) va marganes (IV) hosil bo'ladi: MnO_2 yoki H_2MnO_3 , qo'ng'ir rangga bo'yaladi:



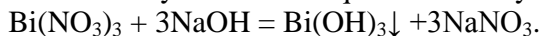
3. Benzidin bilan reaksiyasi. Benzidin marganes(IV) bilan hosil qilgan mahsuloti ko'k rangga bo'yaladi va oksidlanadi. Marganes tuzi eritmasi tomchisidan filtr qog'ozga solinadi va ammiak bug'i bilan ishlov beriladi. $\text{Mn}(\text{OH})_2$ hosil bo'ladi u havo kislorodi bilan oksidlanadi va $\text{MnO}(\text{OH})_2$, modda hosil bo'ladi. Qog'ozdagi dog'lar to'qlashadi. Agar eritma tomchisiga benzidin-ning sirka kislotali eritmasidan solganimizda $\text{MnO}(\text{OH})_2$ li modda benzidinni oksidlaydi qog'ozdagi modda ko'karadi:



Benzidinning NH_2 gruppasi imid gruppagacha oksidlanadi. Ikkinchi bosqichda benzidinning ikkinchi molekulasi bilan ta'sirlashishi natijasida u ko'k rangga ega bo'ladi. Reaksiya judayam sezgir va u 0,15 mkg gacha marganes (IV)ni aniqlashi mumkin.

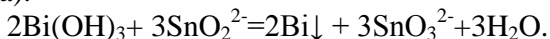
VISMUT(III) KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. O'yuvchi natriy ishqori bilan reaksiyasi. 3 valentli vismut ioni natriy gidroksid bilan oq cho'kma hosil qiladi. Vismut gidroksidi kislotalarda eriydi ammo ishqorlarda erimaydi:



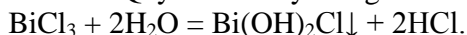
2. Ammiak bilan reaksiyasi. Ammiak oq cho'kmani hosil qiladi. Uning tarkibi eritma konsentratsiyasi va temperaturasi bilan bog'liq.

3. Kaliy va natriy stannitlar bilan reaksiyasi. Qaytaruvchilar vismut ionini vismit metalligacha qaytarishi mumkin. (cho'kma qora rangda):

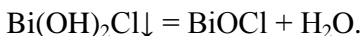


Reaksiyani amalga oshirish uchun ikki tomchi qalay xlorid va 8–10 tomchi ishqor eritmasidan qo'shamiz. Bunda cho'kma stannid holatda hosil bo'ladi. Olingan ishqor eritmasiga vismit tuzidan birnecha tomchi qo'shiladi qora cho'kma vismut metalli hosil bo'ladi.

4. Hidroliz. Vismut tuziga suv qo'shilishi natijasida oq cho'kma asosli tuz hosil bo'ladi. Quyida reaksiya tenglamasi berilgan:



Bu tuz o'zida ikkita gidroksidli guruh saqlaydi. Bu tuz suv ta'siriga beqaror, chidamsiz va bir molekula H_2O chiqarib yangi tuz BiOCl hosil bo'ladi:



Bir valentli vismutning guruhi $-\text{Bi}=\text{O}$ asosli tuzlar tarkibiga kiradi va vismutil nomi bilan ataladi. Ular qaytar xususiyatga ega, va shuning uchun BiOCl ni kislotaga qo'shganimizda va qizdirganimizda cho'kma eriydi.

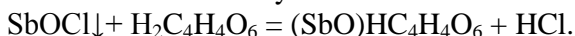
5. 8- oksixinolin bilan reaksiyasi. Oksixinolin ($\text{C}_9\text{H}_7\text{ON}$) va kaliy yodid (KJ) vismut tuzi eritmada sarg'ish-qizil cho'kmani hosil qiladi. Cho'kma oksixinolin bilan kompleks kislota HBiJ_4 birikadi. Tarkibi: $\text{C}_9\text{H}_7\text{ON} \cdot \text{HBiJ}_4$. Eritmada kumush kationlari bo'lmasligi kerak. Eritmada kumush, simob, qalay, yod ionlari oksidlovchilar bo'lmasligi kerak. Ular yod ionini erkin yodgacha oksidlashi mumkin.

SURMA(III) KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Sb^{+3} gidroliz reaksiyasi. Surma (III) tuzi eritmasidan bir tomchi olib suv bilan juda suyultiriladi:



Bu reaksiya vismut ionining reaksiyasiga o'xshash. Cho'kma SbOCl mol xlorid kislotada isitilganda erib ketadi. BiOCl dan farq qilib tartrat kislotada ham eriydi:



2. O'yuvchi ishqorlar va ammoniy bilan reaksiyasi. O'yuvchi ishqorlar va ammoniy bilan metastabil kislotasini hosil qiladi:



Cho'kma kislota va ishqorda eriydi.

3. Natriy tiosulfat bilan reaksiyasi. Natriy tiosulfat Sb(III) tuzlariga qo'shib qizdirilganda surma sulfoksid Sb_2OS_2 ning qizil rangli cho'kmasini hosil qiladi. Kislota ko'p bo'lsa u reaktivni oltingugurt va SO_2 ga parchalab reaksiyaning borishiga halaqit qiladi.

4. Sn ta'sirida qaytarilishi. Qalay folgasi parchasi ustiga surma(III) tuzining vodorod xloridagi eritmasidan bir tomchi tomiziladi va bir oz vaqtdan so'ng metall holdagi eritmasidan bir tomchi tomiziladi va bir ozdan so'ng metall holdagi surmaning qora dog'i paydo bo'ladi.

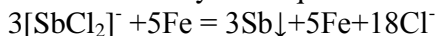
SURMA(V) KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Gidroliz reaksiyasi. Surma(V) tuzlari eritmasi suv qo'shib suyultirilsa Surma(V) ning asosli tuzi oq cho'kmasini hosil qiladi.



HCl ta'sirida cho'kma erib ketadi.

2. Temir va rux bilan reaksiyasi. Metallar: Zn , Fe , Mg , Al , Sn va boshqalar. Surma(III) tuzlariga qanday ta'sir qilsa, surma(V)ga ham xuddi shunday ta'sir qiladi:



PAN reaktivi bilan reaksiyasi.

6-jadval

V ANALITIK GURUH KATIONLARINING ANALITIK REAKSIYALARI

Reagent	Kationlar						
	Mg ²⁺	Mn ²⁺	Fe ²⁺	Fe ³⁺	Bi ³⁺	Sb ⁺³	Sb ⁺⁵
1	2	3	4	5	6		
Ishqor	Mg(OH) ₂ (q) Oq	Mn(OH) ₂ (q) Oq	Fe(OH) ₂ (q) Oq	Fe(OH) ₃ (q) qizil-qo'ng'ir	Bi(OH) ₃ (q) oq	Sb(OH) ₃ (q) oq	HSbO ₃ (q) oq
NaOH+ ortiqcha H ₂ O ₂	Mg(OH) ₂ (q) Oq	MnO(OH) ₂ (q) qo'ng'ir	Fe(OH) ₃ (q) qizil-qo'ng'ir	Fe(OH) ₃ qizil-qo'ng'ir	Bi(OH) ₃ Oq	Sb(OH) ₃	HSbO ₃ (q) oq
Na ₂ CO ₃	Mg(OH) ₂ CO ₃ (q) Oq	Mn(OH) ₂ CO ₃ (q) Oq	FeCO ₃ (q) Oq	FeOHCO ₃ (q) qizil-qo'ng'ir	BiOHCO ₃ (q) oq	SbOHCO ₃ (q) oq	Sb(OH) ₃ CO ₃ (q) oq
Na ₂ HPO ₄	NH ₄ MgPO ₄ (q) Oq	Mn ₃ (PO ₄) ₂ MnHPO ₄ Oq	Fe ₃ (PO ₄) ₂ (q) Oq	FePO ₄ (q) sariq	BiPO ₄ (q) oq	SbPO ₄ (q) oq	Sb(OH) ₂ PO ₄ (q) oq
H ₂ S	Mg(OH) ₂ oq	MnS malla rang	FeS Qora	FeS+S (q) qora	Bi ₂ S ₃ (q) qora	Sb ₂ S ₃ (q) qora	SbO ₂ S
H ₂ O (gidroliz)		kuchsiz gidrolizlanadi		gidrolizlanadi	BiOCl Oq cho'kma	SbOCl Oq cho'kma vino kislotada eriydi)	SbO ₂ Cl Oq cho'kma (vino kislotada eriydi)

Alanganing bo'yalishi	
bo'yamaydi	Antiqlash reaksiyasi magnezon (I) $\text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NH}_3 + \text{NH}_4^+$
bo'yamaydi	1) $\text{NaBiO}_3 + \text{HNO}_3$ 2) $\text{MnO}(\text{OH})_2 + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$
bo'yamaydi	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
yashil	1) KI 2) gidroliz 3) Sn(II) + OH 4) CS(NH ₂) ₂
yashil	1) KI 2) gidroliz 3) Sn(II) + OH 4) CS(NH ₂) ₂
	1) KI 2) gidroliz 3) Sn(II) +
	1) KI 2) gidroliz 3) Sn(II) + 4) PAN +

NAZORAT SAVOLLARI

1. V guruh kationlar guruh reagentini keltiring.
2. IV va V guruh tarkibiga kiruvchi kationlarni ayting.
3. V va VI analitik guruh kationlari tarkibiga kiruvchi qaysi elementlar o'zgaruvchan oksidlanish darajasini namoyon qiladi?
4. Quyidagi ta'sirlashuv reaksiya tenglamalarini ion holda yozing:
 - a) Temir (II) tuzlarining kaliygeksatsianoferrat bilan reaksiyasi;
 - b) Temir (III) tuzlarining kaliy geksatsianoferrit bilan reaksiyasi qanday sharoitda boradi?
- 5 V guruh kationlarining qaysilari gidrolizga uchraydi?
6. Vismut (III) nitratning qalay (II) xlorid bilan reaksiyasini ion holda yozing. Reaksiya qanday muhitda boradi?
7. Magniy kationining analitik reaksiyalarini qayd eting. Ulardan qaysi biri xususiy?

8. V guruh kationlaridan qaysi biri amfoterlik xossasini keskinroq namoyon qiladi?

9. Temir(III) kationini aniqlash reaksiyalarini keltiring. Ularning reaksiya tenglamalarini ion holida yozing.

Laboratoriya ishi №6

VI GURUH KATIONLARINING ANALITIK

REAKSIYALARI

(Cu^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+})

VI guruh kationlarini nitratlari, xloridlari, sulfatlari suvda eruvchan bo‘lib, kobalt (II) tuzlarini eritmasi – pushti, nikel (II) – yashil, mis (II) tuzlari – ko‘k rangga ega. Kadmiy, simob (II) tuzlari eritmalari rangsiz. VI guruh kationlarini karbonatli, fosfatli, sulfidli tuzlari suvda kam eriydi.

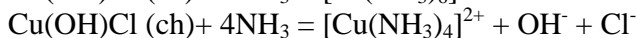
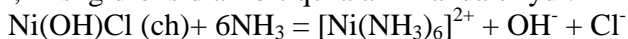
Ishqor yoki ammiak ta‘sirida VI guruh kationlari (simob (II) dan tashqari) gidroksid yoki asosli tuz holida cho‘kmaga tushadi. Simob (II) ishqorlar ta‘sirida HgO , ammiak ta‘sirida $[\text{OHg}_2\text{NH}_2]\text{NO}_3$ tarkibli cho‘kmalar hosil qiladi. Bu cho‘kmalar ortiqcha ishqor ta‘sirida erimay birikma hosil qilib, erib ketadi. Kuchli oksidlovchilar (xlor, brom, kaliy permanganat, natriy vis–di, konsentrlangan ammiak ta‘sirida esa $[\text{Me}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ yoki $[\text{Me}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ tarkibli komplekslarini hosil qiladi. Vodorod peroksid ishqoriy sharoitda) kobalt (II)ni kobalt (III) gacha oksidlaydi. Boshqa kationlar oksidlovchilar ta‘siriga chidamli. Qaytaruvchilar mis(II), simob(II)larni quyi oksidlanish darajasigacha qaytaradi. Kaliy yodid mis(II)ni mis(I)gacha qaytaradi. Mis metalli simob (II)ni metall holigacha qaytaradi. Bu reaksiyadan boshqa kationlar ishtirokida ham simobni kasrli usulda ochishda foydalaniladi.

Guruh reagentining ta‘siri

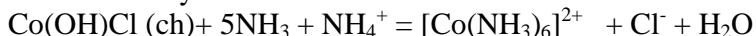
Kobalt, nikel, mis kationlari 25%oli ammiak eritmasi ta‘sirida rangli asosli tuzlar hosil qiladi. CoOHCl – ko‘k rangli cho‘kma, isitilganda pushti rangli $\text{Co}(\text{OH})_2$ ga o‘tadi. $\text{Cu}(\text{OH})\text{Cl}$ – ko‘kish yashil, $\text{Ni}(\text{OH})\text{Cl}$ – och yashil, HgNH_2Cl – oq, simob (II)

nitratdan ham $[\text{OHg}_2\text{NH}_2]\text{NO}_3$ tarkibli oq cho‘kmalar hosil bo‘ladi.

Nikel, mis gidroksidlari ortiqcha ammiakda eriydi:



Kobaltni asosli tuzlari ortiqcha ammiakda ammoniy tuzlari ishtirokida eriydi:



Misni ammiakatli kompleksi to‘q ko‘k rangli, nikel - ko‘k, kadmiy va simob (II) rangsiz bo‘ladi. Kobalt (II) havo kislorodi ta’sirida asta sekin oksidlanadi va qizil olcha rangli kobalt (III) ammiakatli kompleksni hosil qiladi.

Vodorod peroksidining ishqoriy sharoitda ta’siri

VI guruh kationlariga ishqoriy sharoitda vodorod peroksidi ta’sir ettirilsa (NH_3 , NaOH) nikel, mis gidroksidlari cho‘kmaga tushadi. Kobalt (II) tezda oksidlanib kobalt (III)ga o‘tadi va qo‘ng‘ir $\text{Co}(\text{OH})_3$ cho‘kmaga tushadi. U esa mol miqdordagi konsentrlangan ammiakda eriydi va olcha rangli $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ kompleksini hosil qiladi.

Ish tartibi:

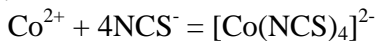
a) 5 ta probirkaga 3 tomchidan kobalt, nikel, mis, kadmiy va simob(II) tuzi eritmasi va tomchilab aralashtirib turgan holatda suyuq ammiak eritmasidan cho‘kma hosil bo‘lguncha qo‘shiladi. Cho‘kmalar rangiga e’tibor beriladi. Barcha probirkalarga 25%li ammiak eritmasidan, natriy yoki ammoniy xloridni bir necha kristallari ham qo‘shiladi. Cho‘kmalarning erishiga va eritma rangiga e’tibor beriladi.

b) Probirkaga 3 tomchi kobalt tuzi eritmasi, 1–2 tomchi vodorod peroksidi qo‘shib, aralashtiriladi, so‘ngra suyultirilgan ammiak yoki natriy gidroksidi cho‘kma hosil bo‘lguncha qo‘shiladi. Hosil bo‘lgan cho‘kmani rangi “a” tajribadagi kobalt (II)ni asosli tuzi cho‘kmasi bilan solishtiriladi. Cho‘kma mol miqdoridagi konsentrlangan ammiakda eritiladi va “a” tarkibidagi kobalt (II) rangiga solishtiriladi.

Co^{2+} KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

Ishqoriy metallarning gidroksidlari va ammiak bilan ta'siri (guruh reagenti ta'siriga qarang).

Tiosionatlar bilan reaksiyasi va reaksiya mahsulotini organik qavatga o'tkazish. Kobalt(II) kationi kislotali sharoitda tiotsionat ionining izoamil spirtidagi eritmasi bilan ko'k rangli kompleks birikma hosil qiladi:



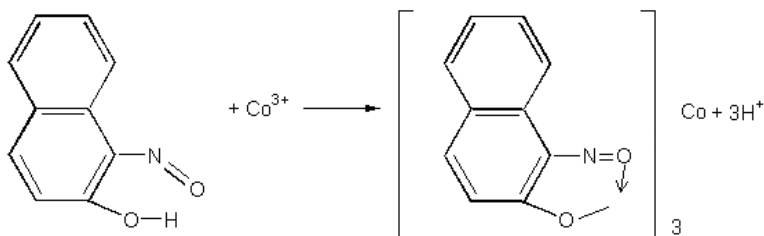
Kompleks suvli eritmada turg'un emas. Temir(III), mis(II) kationlari kobaltni ochishga halaqit beradi, ya'ni temir(III) qizil rangli va mis (II) sariq-qo'ng'ir rangli birikma hosil qiladi. Temir (III)ni niqoblash uchun natriy fluoridni quruq tuzidan qo'shib, rangsiz $[\text{FeF}_6]^{3-}$ kompleksiga o'tkaziladi. Bundan tashqari, temir(III) va mis(II) kationlarini qalay (II) xlorid bilan temir(II) va mis(I)gacha qaytarilishi ham mumkin. Temir (II) va mis(I) kationlari kobaltni ochishga halaqit bermaydi.

Ish tartibi

Probirkaga 2–3 tomchi kobalt(II) tuzi eritmasi, 8–10 tomchi to'yingan ammoniy yoki kaliy tiotsianat eritmasi, 5–6 tomchi izoamil spirtidan qo'shib chayqatiladi. Yuqori organik qavatiniq ko'k rangga bo'yaladi.

1-nitrozo-2-naftol bilan tomchi reaksiyasi

Kobalt (III) kationi neytral yoki kislotali sharoitda Ilinskiy reaktivi bilan to'q qizil rangli, suvda kam eriydigan ichki kompleks hosil qiladi. Ko'p miqdordagi mis kationi halaqit beradi:



Ish tartibi

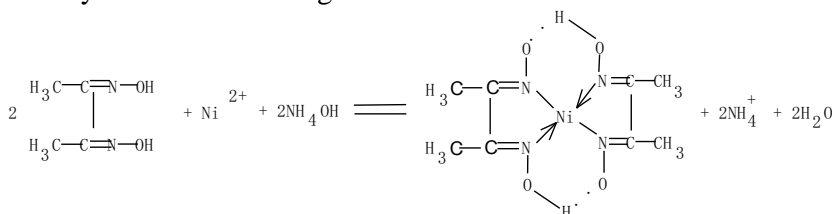
Filtr qog'ozga kapilyar yordamida 1 tomchi kobalt (III) tuzi eritmasidan va 1 tomchi 1%li 1-nitrozo-2-naftolning 1:1 sirka kislotali eritmasidan tomiziladi. Qizil jigarrang dog' hosil bo'ladi.

Ni²⁺ KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Ishqoriy metallarni gidroksidlari va ammiak bilan ta'siri (guruh reagenti ta'siriga qarang).

2. Dimetilglioqsim bilan tomchi reaksiyasi (Chugayev reaksiyasi).

Nikel (II) dimetilglioqsim bilan ammiak eritmasi ishtirokida (pH=9) lola qizil rangli kompleks birikma hosil qiladi. Bu reaksiya xarakterli va sezgirdir:



Hosil bo'lgan cho'kma kuchli kislotada va ishqorlarda eriydi, natriy atsetat va ammiak eritmalarida amalda erimaydi.

Temir (II) ioni shu sharoitda dimetilglioqsim bilan qizil rangli suvda eruvchan kompleks birikma hosil qiladi.

Mis (II) va boshqa ammiak bilan rangli birikmalar hosil qiladigan kationlar nikel (II)ni ochishga halaqit beradi.

Ish tartibi

Nikel tuzi eritmasidan 1 tomchi kapilyar yordamida filtr qog'ozga tomiziladi. Ustiga 1 tomchi dimetilglioqsim eritmasidan tomizib, quyuq ammiak eritmasiga tutib turiladi va kuzatiladi. Shunda filtr qog'ozda lola qizil rang cho'kma hosil bo'ladi.

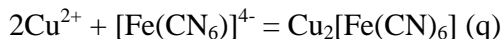
Cu²⁺ KATIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

Ishqoriy metallarning gidroksidlari bilan reaksiyasi (guruh reagenti ta'siriga qarang)

Ammiak bilan reaksiyasi (maxsus usuli) (guruh reagenti ta'siriga qarang)

Kaliy geksasianoferrat (II) bilan reaksiyasi.

Mis ioni kaliy geksasianoferrat(II) bilan kislotali sharoitda qizg'ish jigarrang cho'kma hosil qiladi, u 25%li ammiak eritmasida eriydi, lekin kuchsiz kislotalarda erimaydi. Reaksiyani filtr qog'ozga, cho'ktirish xromatografiyasi usulida bajarish ham mumkin.



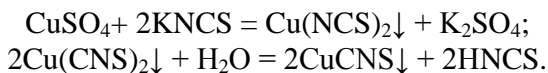
Temir (III) ioni bu reaksiyani o'tkazish uchun halaqit beradi, temir(III) ishtirokida mis quyidagicha aniqlanadi:

Tekshiriluvchi eritmaga ammoniy gidroksidi qo'shiladi. Temir $\text{Fe}(\text{OH})_3$ holida cho'kmaga tushadi, eritma esa to'g ko'k rangli bo'ladi. Eritmaga kaliy geksasianoferrat(II) qo'shiladi. Qizil qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'ladi. Misni ushbu reaksiyasi xromatografik usulda ham bajariladi.

Ish tartibi:

5% li kaliy geksasianoferrat(II) eritmasi shimdirilgan qog'ozga 1 tomchi mis tuzi eritmasidan tomiziladi. Qizg'ish jigarrang dog' hosil bo'ladi.

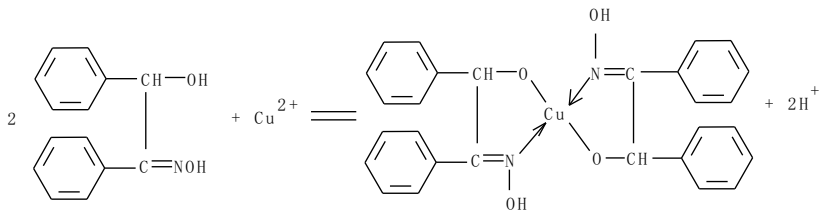
Kaliy rodanid bilan reaksiyasi. Bir necha tomchi mis tuzi eritmasiga 2–3 tomchi kaliy rodanid solinadi. Qora cho'kma hosil bo'ladi. Qiyin eruvchan oq cho'kmaga aylanadi. Bunaqa o'tish asta-sekin sodir bo'ladi, (tez bo'lishi ham mumkin), bunda sulfat kislotaga qaytarivchi sifatida ishlatiladi.:



Reaksiyani qattiq isitmasdan kislotali muhitda olib boriladi. Eritmada kumush ioni bo'lmasligi kerak, rodanidlar bilan ham oq cho'kma hosil qiladi.

Kupron (1-benzoinoksim) bilan tomchi reaksiyasi

Mis (II) tuzi kupron bilan paxtasimon yashil cho'kma - ichki kompleks birikma hosil qiladi, u ammiakda erimaydi:



Ish tartibi

Kulsizlantirilgan filtr qog'ozga kapillyar yordamida bir tomchi mis (II) tuzi (kislotali sharoitda) eritmasi va tomchilatib 1-benzoinoksim va ammiak eritmasidan tomiziladi. Yashil dog' hosil bo'ladi. Agarda ammiak ta'siridan cho'kma hosil qiladigan kationlar bo'lsa, u holda, avvalo, kaliy-natriy tartrat eritmasi tomizib, keyin tekshiriluvchi eritma, oxirida ammiak eritmasi tomiziladi.

Alanga rangini bo'yash (Belshteyn namunasi).

Misning galogenli tuzlari gaz gorelkasida alanga rangini yaltillagan yashilga bo'yaladi.

Ish tartibi

Nixrom simni avval konsentrlangan xlorid kislotaga tushirib, keyin misni quruq tuziga botirib, gaz gorelkasida yoqiladi. Alanga yashilga bo'yaladi.

Kadmiy (II)ning sifat reaksiyasi

1. O'yuvchi ishqorlar bilan reaksiyasi. O'yuvchi ishqorlar bilan kadmiy ioni oq cho'kma hosil qiladi, kislotada eriydi:



2. Ammiak bilan reaksiyasi. Ammiak kadmiy ioni bilan cho'kma hosil qiladi. Reaktivning miqdori ko'p bo'lganda ammiakli kompleks hosil qiladi:



Simob(II) va kadmiy ammiakatlari rangsiz.

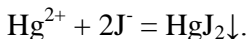
3. Sulfid ionlari bilan reaksiyasi. Sulfidlar kadmiy ioni bilan sariq cho'kma hosil qiladi. O'yuvchi ishqorlarda va natriy sulfidida erimaydi (qalay va mishyak sulfidlardan farqli ravishda).

Simob(II)ning reaksiyalari

1. O'yuvchi ishqorlar bilan reaksiyasi. O'yuvchi ishqorlar bilan sariq cho'kma simob oksidini hosil qiladi. (simob gidroksidi turg'un emas):



2. Kaliy yodid bilan reaksiyasi. KJ simob bilan och qizil rangli cho'kma hosil qiladi:



3. Difenilkarbazid eritmasi simob tuzlari bilan binafsha yoki ko'k rangli cho'kma hosil qiladi. Reaksiyaning seziluvchanligi eritmada kislotaning miqdori kamayishi bilan aniqlanadi. Neytral muhitda (sirka kislotali bufer) difenilkarbazid bilan kompleks birikma hosil qiladi. Og'ir metall ionlari (mis, temir, kobalt va boshqalar) ham simobni aniqlashga halaqit beradi. Lekin eritmada 0,2 mol/l nitrat kislota o'zida saqlovchi eritmada, simobni aniqlash spetsifik reaksiya hisoblanadi. (agar unda xromatlar va molibdatlar yo'q bo'lsa).

NAZORAT SAVOLLARI

1. VI guruh kationlarini cho'ktirishda ammiak eritmasi va ishqorning ta'siridan hosil bo'lgan birikmalar qanday rangda bo'ladi?

2. VI guruh kationlarining ammiakli komplekslari qanday rangda bo'ladi?

3. VI guruh ionlarining quruq tuzlari alanga rangini qanday rangga bo'yaydi?

4. VI guruh kationlari aralashmasining tahlilida simobni kasrli usulda ochishda qanday reaksiyalardan foydalaniladi? Reaksiya tenglamalarini yozing.

5. Nikel kationining dimetilglioksim bilan ochishda ammiakli sharoitda reaksiyani olib borish sababini tushuntiring va reaksiya tenglamasini yozing.

a) Cu^{+2} ning kupron bilan reaksiyasini yozing.

b) Co^{+2} 1-nitrozo-2-naftol bilan kompleks birikma hosil bo'lishi reaksiyalarini yozing.

6. Kobalt (II) kationini ochishda qanday usuldan foydalaniladi? Izoamil spirtli ammoniy tiotsianat ishlatilishini tushuntiring.

VAZIYATLI MASALALAR

1. V va VI guruh kationlari aralashmasidan simob (II)ni kasrli usulda ochish uchun qaysi reaksiyadan foydalanish mumkin? Tenglamasini yozing.

2. Nikel dimetilglioksim bilan aniqlashda qanday kationlar halaqit beradi?

3. a) Cu^{2+} kupron; b) Co^{3+} ning 1-nitrozo-2-naftol bilan ochish reak-siyalarini sharoiti qanday bo'ladi?

4. Kobalt (II) ni ekstraksiyadan foydalanib aniqlash sababi nimadan iborat?

Nazorat ishi №2. IV, V va VI Guruh kationlari aralashmasi analizi

IV, V va VI guruh kationlari mavjud bo'lgan tekshirilayotgan eritmadan quyidagi kationlarni bo'laklab aniqlash mumkin. Fe^{3+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cr^{3+} . Avvalo, temir(II) va temir(III) larni dastlabki tekshirilayotgan eritmadan aniqlab olish zarur, chunki sistematik analiz mobaynida barcha temir ionlari Fe^{3+} gacha oksidlanib ketadi va buning natijasida esa tekshirilayotgan eritmadagi temirning oksidlanish darajasi imkoniyati yoqoladi. Yuqoridagi ko'rilgan boshqa kationlarni Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Co^{3+} larini esa bo'lib-bo'lib osonligina aniqlash mumkin. Ular analiz mobaynida o'ziga xos reaksiyalar orqali ochiladi.

Temir(II) ni aniqlanishi: Tekshirilayotgan eritmaning 2–5 tomchisiga kons. HCl va $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ eritmalaridan 2–3 tomchidan tomiziladi. Ko'k cho'kma trunbul ko'kning hosil bo'lishi, mazkur eritmada temir (II) ionining borligidan dalolat beradi.

Temir(III) ni aniqlanishi: Tekshirilayotgan eritmaning 2–5 tomchisiga kons. HCl va $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ eritmalaridan 2–3 tomchidan tomiziladi. Natijada hosil bo'lgan ko'k cho'kma Berlin lazuri eritmada temir(III) ionining borligidan dalolat beradi.

Kobalt(II) ni aniqlanishi: Tekshirilayotgan eritmaning 2–5 tomchisiga kons. HCl va pH 4–5 bo'lguncha CH_3COONa eritmalari-dan tomiziladi, so'ngra quruq NH_4F solinadi. Bunda eritmada qolgan Fe^{3+} ioni rodanid ioni bilan ta'sirlashmaydigan ftorli kompleks hosil qiladi. (ozgina ammoniy rodanid ham qo'shiladi).

Eritma aralashtirilib, ozgina amil spirt qo‘shiladi va yaxshilab chayqatiladi. Agar, eritmada Co(II) bo‘lsa, spirtli qavat havo rangga kiradi.

Marganes(II)ni aniqlanishi: Tekshirilayotgan eritmaning 3–5 tomchisiga 5–6 tomchi HNO₃ tomiziladi. Keyin 7–10 tomchi atrofida suv qo‘shib, aralashtiriladi. So‘ngra eritmaga quruq poroshok holdagi natriy vismutat tuzidan qo‘shiladi va aralashtiriladi, suv hammomida qizdiriladi, sentrafuga qilinadi. Ajratib olingan eritmaning binafsha rangda bo‘lishi Mn²⁺ ning borligidan darak beradi.

Xrom(III)ni aniqlanishi: Tekshirilayotgan eritmaning 2–5 tomchisiga shuncha miqdorda 6 n. li sirka kislotasidan qo‘shiladi. So‘ngra 3–4 tomchi natriy atsetat 15 tomchi va 5% li EDTA eritmasidan qo‘shiladi. Hosil bo‘lgan eritmani suv hammomida isitilgan holda yaxshilab aralashtiriladi. Eritma binafsha rangga kirs Cr³⁺ ionining borligidan darak beradi.

Nikel(II)ni aniqlanishi: Tekshirilayotgan eritmaning 3–5 tomchisiga 5–6 tomchi HNO₃ tomiziladi, aralashtiriladi va suv hammomida qizdiriladi. Eritma sovigandan so‘ng eritmadagi Fe(III) va Cu(II)larni kompleks holatiga o‘tkazish uchun quruq vino kislotasidan qo‘shiladi. So‘ngra ishqoriy muhit hosil qilish uchun ammiak eritmasidan qo‘shiladi. Hosil bo‘lgan eritmaga 2–3 tomchi DMG eritmasidan tomiziladi. So‘ngra o‘ziga xos qizil cho‘kmaning hosil bo‘lishi nikel(II)ning mavjudligidan darak beradi.

IV, V va VI guruh kationlar aralashmasining sistematik analizi

Chinni kosachaga solingan boshlang‘ich eritmaning 4 ml miqdoriga dastlab neytral muhit hosil qilish uchun va yana 25–30 tomchi NaOH ning 2n li eritmasidan qo‘shiladi. Keyin 5–8 tomchi vodorod peroksid eritmasi qo‘shib ehtiyotlik bilan qaynaguncha qizdiriladi. (doimiy aralashtirib turgan holda). Qizdirish eritmaning taxminan 2 baravar kamaygunga qadar davom etadi. Qolgan eritmani sentrafuga probirkasiga solib,

sentrifuga qilinadi va choʻkmani eritmadan ajratiladi. Choʻkma №1 da quyidagi moddalar boʻlishi mumkin: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{Cd}(\text{OH})_2$, $\text{Ni}(\text{OH})_2$, $\text{Co}(\text{OH})_3$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$, HgO ba $\text{Sb}(\text{OH})_5$. Eritma №1 da esa quyidagi ionlar boʻlishi mumkin: AlO_2^- , ZnO_2^{2-} , CrO_4^{2-} , SnO_3^{2-} ba AsO_4^{3-} .

Eritma №1 ning analizi: Eritma №1 ga aralshtirib turgan holda ammiak hidi paydo boʻlguncha quruq NH_4Cl tuzidan solib suv hammomida qizdiriladi. Buning natijasida tushgan aluminiy va qalay(IV) gidroksidlaridan iborat boʻlishi mumkin (Choʻkma №2). Eritmada CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-} va $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ionlari qoladi. (Eritma №2). Eritma choʻkmadan ajratib olinadi.

Choʻkma №2 ning analizi: Choʻkma №2 ni 2n li HCl da eritiladi. Hosil boʻlgan eritma (Eritma №3) Al^{3+} va $[\text{SnCl}_6]^{2-}$ ionlari boʻlishi mumkin. Eritma alohida qismlarga ajratiladi.

Eritma №3 da qalayning ochilishi: Mazkur eritmaning bir qismiga temir qirindisi solib, yaxshilab aralashtirib turgan holda suv hammomida qizdiriladi. Bunda qalay(IV) qalay(II) ga oʻtadi. Eritmani temir qirindisili choʻkmadan ajratib olib, toza probirkaga solinadi (eritma №4). Bu eritmadan $\text{Sn}(\text{II})$ ni $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ yordamida ochiladi. (eritmada qalay(II) ionlari boʻlsa, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ taʼsirida choʻkma tushadi, reaksiya mexanizmini tushuntiring).

Eritma №3 da aluminiy aniqlash. Agar qalay ochilgan boʻlsa, uni rux metalli taʼsirida maydalangan rux kukunlari solib, bir necha minut mobaynida aralashtirib turiladi. Agar, eritma loyqalansa, unga loyqa yoʻqolguncha 2n. li HCl eritmasidan tomiziladi. Eritmani choʻkmadan setrafugalab ajratib olinadi. Choʻkma tashlab yuboriladi. Eritmaga esa aluminiy ochish uchun oksixinolin yoki alizarin eritmalaridan solinadi.

Eritma №2 ning analizi (CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-} va $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$).

Eritma №2 da xromat ionlarini ochish. Agar eritma rangsiz boʻlsa, unda xromat ionlari boʻlmaydi. Demak uni ochish uchun reaksiyalar oʻtkazmasa ham boʻladi. Aksincha eritma sariq rangli boʻlsa, u holda xromat ionlari H_2CrO_4 tarkibli kislotaga aylantirish yoʻli bilan ochiladi. Eritma №2 ning 5–6 tomchisiga 2–3 tomchi 3% li H_2O_2 eritmasidan va ozgina amil spirti hamda bir tomchi 6n li H_2SO_4 eritmalaridan tomiziladi. Har gal probirkani chayqatib

aralashiriladi. Xromat ionlari bor bo'lsa, spirt qavat ko'k rangga kiradi.

Eritma №2 da arsenat ionlarini aniqlash: eritmani № 2 ning 5–6 tomchisiga shuncha miqdorda kons. Nitrat kislotadan va 10-15 tomchi molibden suyuqligidan solinadi. Eritma yaxshilab aralashirib qaynaguncha qizdiriladi. Agar, eritmada arsenat ionlari mavjud bo'lsa, sariq cho'kma tushadi.

Eritma №2 da rux ionlarini aniqlash: eritma № 2 ning 5–6 tomchisiga shuncha miqdordagi Na_2S eritmasidan tomiziladi. Na_2S ta'sirida rux ionlari HCl da erimaydigan oq cho'kma beradi.

Cho'kma № 1 ning analizi: Ushbu cho'kma tarkibida quyidagi moddalar bo'lishi mumkin: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{Cd}(\text{OH})_2$, $\text{Ni}(\text{OH})_2$, $\text{Co}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$, HgO va $\text{Sb}(\text{OH})_5$.

Cho'kma № 1ni bir necha tomchi vodorod peroksid ishtirokida 2 N nitrat kislorada suv hammomida qizdirilgan holda eritiladi (H_2O_2 ishtirokisiz $\text{MnO}(\text{OH})_2$ va $\text{Co}(\text{OH})_3$ kar erimaydi). Natijada Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Bi^{3+} va Hg^{2+} ionlaridan iborat eritma №5 va HSbO_3 tarkibli cho'kma hosil bo'ladi. (Cho'kma № 5). Eritma №-5 ga kuchsiz ishqoriy muhit hosil qilish uchun ammoniyli bufer eritmasidan (kons. NH_3 va NH_4Cl) hamda 2–4 tomchi H_2O_2 eritmasidan tomiziladi. Yaxshilab aralashirilgan holda, suv hammomida qizdiriladi. To'liq sovitilgandan so'ng sentrifuga qilinadi. Cho'kma № 5 esa kons. Eritmani (eritma №-6) ni cho'kma (cho'kma № 6) dan ajratib olinadi. Cho'kma suyuq ammiak eritmasi bilan yuviladi. Cho'kma № 6 da ba'zi IV guruh kationlarining gidroksidlari bo'lishi mumkin. $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$. Eritma №6 da esa $[\text{Mg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ionlari bo'lishi mumkin.

Cho'kma №5 kons. HCl da eritiladi. Hosil bo'lgan eritmadan surmani istalgan reaksiyasi yordamida ochiladi.

Cho'kma №6 ning analizi. Cho'kma № 6 ga 2 n. li nitrat kislotada bilan ishlov beriladi. Bunda temir(III) va vismut eritmaga o'tib ketadi. Cho'kmada (cho'kma №7) esa $\text{MnO}(\text{OH})_2$ qoladi. Uni bir marta suv bilan yuvib, 2 n.li nitrat kislotada qizdirilgan

holda, 2–3 tomchi H_2O_2 qo‘shish orqali eritiladi. Hosil bo‘lgan eritmadan Mn^{+2} ni $NaBiO_3$ orqali ochiladi.

Eritma №7 dan vismutni aniqlash uchun $pH=3$ bo‘lguncha ammiak, $NaCl$ eritmasi va quruq vino kislotasi solinadi. Eritmada vismut bo‘lsa, oq cho‘kma $BiOCl$ tushadi. Cho‘kmani eritmadan sentrifugalab ajratib olinadi va 1 marta suv bilan yuviladi. Undagi vismutni natriy stannit orqali ochiladi. Natriy stannit ta‘sirida eritmaning oniy qorayishi unda vismutning borligidan darak beradi. Eritma №7 dan temir ochilmaydi. (Bu jarayon yuqorida bajarilgan).

Eritma №6 ning analizi. Agar eritma rangsiz bo‘lsa, unda mis, kobalt va nikel ionlari bo‘lmaydi. (ularning ammiakatlari to‘q ranglidir). Agar eritma ko‘k rangli bo‘lsa, mis yoki kobalt ikkovi ham eritmada mavjud degan xulosaga kelinadi.

Simob va misni ajratish. Eritma №6 ni kuchsiz kislotali muhit hosil bo‘lguncha 2n. li H_2SO_4 qo‘shiladi, unga kam miqdordagi (1 ta kristalldan) quruq natriy tiosulfatdan qo‘shiladi va suv hammomida doimiy qizdirilgan holda yaxshilab aralastiriladi. Eritmada simob va mis ionlari mavjud bo‘lsa, Cu_2S , HgS va oltingugurtdan iborat cho‘kma tushadi. Sentrifugalab eritma cho‘kmadan ajratiladi va NH_4Cl ning kuchsiz eritmasi bilan yuviladi.

Cho‘kma №8 ning tarkibi. Cu_2S , HgS va erkin oltingugurt.

Eritma №8 ning tarkibi. Co^{2+} , Ni^{+2} , Mg^{2+} , Cd^{+2}

Cho‘kma №8 ning analizi. Yuvilgan cho‘kmani qizdirilgan holda 3 n. li nitrat kislotada eritiladi. Bunda mis(I) sulfid to‘liq eriydi. Simob sulfid va oltingugurt cho‘kmada qoladi. Eritmani sentrifugalab cho‘kmadan ajratiladi. Hosil bo‘lgan mis ionini kaliy ferrosianid eritmasi orqali ochiladi, ushbu eritmaning 2–3 tomchisiga kuchsiz ishqoriy muhit bo‘lguncha ammiak va 3–4 tomchi ammoniy xlorid eritmasidan va 3–4 tomchi ferrosianid eritmasi tomiziladi. Agar mis ioni bo‘lsa, qizil qo‘ng‘ir cho‘kma hosil bo‘ladi.

Cho‘kma №9 ni qizdirilgan holda podsho arog‘i qo‘shiladi, agar cho‘kma to‘liq erigandan keyin. Hosil bo‘lgan eritmadan simobni ochiladi. Hosil bo‘lgan eritmaga 5–8 tomchi qalay(II)

xlorid eritmasi solinadi. Agar qora choʻkma tushsa, simob (II) ioni borligidan darak beradi.

Eritma №8 ning analizi. (Co^{2+} , Ni^{+2} , Mg^{2+} , Cd^{+2})

Eritma №8 ning 3–5 tomchisiga $\text{pH}=5$ boʻlguncha kaliy nitrit kristallari solinadi. Agar, eritmada Co^{2+} boʻlsa, sariq kristall choʻkma tushadi.

3–5 tomchi eritma №8 ga ishqoriy muhit hosil boʻlguncha ammoniy gidroksid va 3–4 tomchi DMG solinadi. Eritmada Ni^{+2} boʻlsa, qizil choʻkma hosil boʻladi.

Eritma № 8 ga ozroq ammoniy xlorid va natriy gidrofosfat solib, ishqoriy muhitgacha ammoniy gidroksid tomiziladi. Oq choʻkma tushsa, magniy bor boʻladi. Choʻkmani sentrifuga qilib tashlab yuboriladi, qolgan eritmada Cd^{+2} topiladi. Buning uchun $\text{pH}=2-3$ boʻlguncha H_2SO_4 qoʻshiladi. va Na_2S solinadi. Agar sariq choʻkma tushsa, eritmada Cd^{+2} borligidan dalolat beradi.

eslatma: agar eritmada Ca^{2+} ioni boʻlsa, u holda, magniyni aniqlashdan oldin kalsiyni ammoniy karbonat eritmasi yordamida kalsiy karbonatga oʻtkazish lozim.

II BO‘LIM

I-III GURUH ANIONLARINING TAHLILI Anionlarning tasnifi va analitik reaksiyalari

Anionlar kumush, bariy, kalsiy, stronsiy, rux, simob va boshqa kationlar bilan qiyin eriydigan cho‘kmalar hosil qilishi, oksidlanish-qaytarilishi, kompleks hosil qilishi, anion hosil qilgan kislotalarni uchuvchanligi kabi xossalari bo‘yicha tasniflanadi.

Har bir tasniflanishda 2 dan 6 gacha guruhlar bor. 1 va 2 jadvallarda anionlarni: 1) qiyin eriydigan cho‘kma hosil qilish xossasi bo‘yicha tasnifi; (3 ta guruh) va 2) oksidlanish-qaytarilish xossasi bo‘yicha tasnifi (3 ta guruh) berilgan.

Anionlarni cho‘kma hosil qilish xossalari bo‘yicha tasniflanganda 3 guruhga bo‘linadi. I va II guruhni guruh reagenti BaCl_2 va AgNO_3 , III guruhning guruh reagenti yo‘q.

1-jadval

Anionlarning cho‘kma hosil qilishi bo‘yicha tasnifi

Analitik guruh	Guruh tavsifi	Guruh reagenti	Anionlar
1-guruh	Bariy tuzlari bilan suvda erimaydigan cho‘kmalarni hosil qiladi	Bariy xlorid neytral yoki kuchsiz ishqoriy sharoitda qo‘shiladi	Sulfat ioni SO_4^{2-} Sulfit ioni SO_3^{2-} Tiosulfat ioni $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ Xromat ioni CrO_4^{2-} Karbonat ioni CO_3^{2-} Borat ioni $\text{Br}_4\text{O}_7^{2-}$, (BO_2^-) Oqsalat ioni $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ Fosfat ioni HPO_4^{2-} Silikat ioni SiO_3^{2-}
2-guruh	Kumush tuzlari bilan suvda va nitrat kislotada erimaydigan cho‘kmalar hosil qiladi	Kumush nitrat eritmasi 2 n nitrat kislotada ishtirokida	Xlorid ioni Cl^- Yodid ioni I^- Bromid * Br^- Rodonid ioni SCN^- Sulfid ioni ** S^{2-}
3-guruh	Bariy va kumush tuzlari bilan cho‘kma hosil qilmaydi	yo‘q	Nitrit ioni NO_2^- Nitrationi NO_3^- Atsetat ioni CH_3COO^-

* - kumush bromidi suyultirilgan HNO₃da oson eriydi;

** - kumush sulfidi isitilganda HNO₃ da eriydi.

Oksidlanish-qaytarilish xususiyatiga qarab anionlar 3 guruhga bo'linadi va u quyidagi jadvalda keltirilgan:

2-jadval

Anionlarning oksidlanish-qaytarilish xossalari bo'yicha tasnifi

Analitik guruh	Guruh reagenti	Anionlar	Guruhning tavsifi
I	H ₂ SO ₄ ishtirokida KJ eritmasi yoki konsentrik H ₂ SO ₄ ishtirokida difenilamin eritmasi	Oksidlovchi anionlar BrO ₃ ⁻ , NO ₂ ⁻ , *NO ₃ ⁻ ,	Oksidlovchi anionlar kislotali sharoitda yodid ionlarini yodgacha oksidlab, difenilaminni ko'k rangga bo'yaydi
II	H ₂ SO ₄ ishtirokida 0,01n KMnO ₄ eritmasi ishlatiladi	Qaytaruvchi anionlar S ²⁻ , SO ₃ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻ , NO ₂ ⁻ , **C ₂ O ₄ ²⁻ , Cl ⁻ , Br ⁻ , J ⁻ , CN ⁻ , SCN ⁻	Qaytaruvchi anionlar kislotali sharoitda peranganat ionini qaytadi, rangsiz eritma hosil bo'ladi
	KJ dagi J ₂	S ²⁻ , SO ₃ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻	
III	Guruh reagenti yo'q	Indiferent anionlar SO ₄ ²⁻ , CO ₃ ²⁻ , PO ₄ ³⁻ , B ₄ O ₇ ²⁻ , (BO ₂) ⁻ , CH ₃ COO ⁻	Indiferent anionlar KJ va KMnO ₄ lariga nisbatan oksidlovchilik va qaytaruvchilik xossalari namoyon etmaydi

* - NO₃⁻ - kuchsiz kislotali sharoitda KJ bilan ta'sirlashmaydi;

Cl – juda sekin ta'sirlashadi;

** - C₂O₄²⁻ - KMnO₄ni kislotali sharoitda isiganda rangsizlantiradi.

Laboratoriya ishi №7

I GURUH ANIONLARINING ANALITIK REAKSIYALARI

(SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, HPO_4^{2-} , SiO_3^{2-})

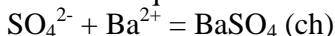
I guruh anionlarining guruh reaktivi bariy xlorid yoki nitrati boʻlib, reaksiya kuchsiz ishqoriy va neytral sharoitda olib boriladi.

Bariy ionini SO_4^{2-} , SO_3^{2-} bilan hosil qilingan choʻkmalari sirka kislotada erimaydi. CO_3^{2-} bilan hosil qilgan choʻkmalari sirka kislotasida eriydi.

SO_4^{2-} SULFAT-IONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Bariy tuzlari bilan reaksiyalari (maxsus usuli).

Bariy ionni sulfat ionni bilan oq kristall choʻkma hosil qiladi:

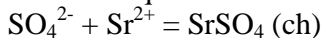


Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 1–2 tomchi natriy sulfat eritmasidan olib, ustiga 1–2 tomchi bariy xlorid tomizing. Oq choʻkma hosil boʻlishini kuzating.

Bariy sulfat kuchli kislotaning tuzi boʻlgani uchun mineral kislotalarda erimaydi. Konsentrlangan sulfat kislotasida juda oz eriydi. Bu bilan bariy sulfat boshqa hamma anionlarning bariyli tuzlaridan farqlanadi.

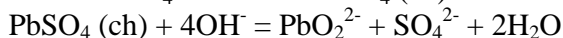
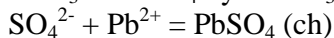
2. Stronsiy ionni bilan reaksiyasi. Stronsiy ionni sulfat ionni bilan oq kristall choʻkma hosil qiladi:

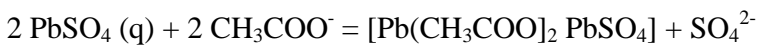


Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 3–5 tomchi natriy sulfat va 3–5t tomchi stronsiy xlorid solinadi va oq kristall choʻkma tushishi kuzatiladi.

3. Qoʻrgʻoshin atsetat bilan reaksiyasi. SO_4^{2-} ionni qoʻrgʻoshin ionni bilan oq amorf choʻkma hosil qiladi. Choʻkma HCl, HNO_3 , NaOH hamda 30%li $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ yoki CH_3COONa da eriydi:



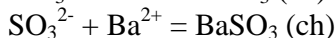
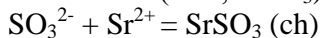


Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 5–6 tomchi natriy sulfat eritmasidan solib, teng hajmda qoʻrgʻoshin tuzi eritmasidan qoʻshing, oq choʻkma hosil boʻladi. Hosil boʻlgan choʻkmani 4 ta probirkaga boʻling. Birinchisiga ikki normalik HCl, ikkinchisiga 2n HNO₃, uchinchisiga kaliy yoki natriy gidroksid, toʻrtinchisiga 30%li ammoniy atsetat eritmasidan soling. Choʻkmaning erishini kuzating.

SO₃²⁻ SULFIT IONINING ANALITIK REAKSIYALARI

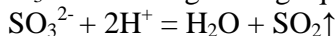
1. Bariy va stronsiy nitrat bilan reaksiyasi. Bariy va stronsiy nitratlar sulfat ioni bilan oq choʻkma BaSO₃ va SrSO₃ hosil qiladi. Choʻkmalar mineral kislotalarda (HCl, HNO₃) eriydi:



Reaksiyani bajarish

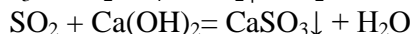
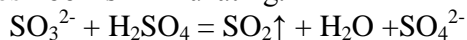
2 ta probirkaga 3–5 tomchidan natriy sulfid solinadi, birinchisiga 2–3 tomchi Sr(NO₃)₂, ikkinchisiga Ba(NO₃)₂ solinadi. Oq choʻkma hosil boʻlishini kuzating. Ikkala probirkaga HCl yoki HNO₃ solib, choʻkmani erishini kuzating.

2. Sulfat ionining kuchli mineral kislotalar taʼsirida parchalanishi. Reaksiya gazlarni topish uchun ishlatiladigan asboblarning birida oʻtkaziladi (CO₃²⁻ ochishdagi rasmga qarang).



Reaksiyani bajarish:

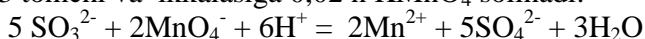
Probirkaga 6–7 tomchi natriy sulfat eritmasidan solib, teng hajmda 2n sulfat kislota eritmasidan qoʻshing. Kapillyar ichiga ohakli suv Ca(OH)₂ toʻldirib, probirkani tezda berkiting. Kapillarda loyqa hosil boʻlishini kuzating.



3. Kaliy permanganat bilan reaksiyasi. Kuchli kislotali sharoitda sulfat ion MnO₄⁻ ni Mn²⁺ gacha qaytaradi. Neytral sharoitda Mn(OH)₂ (H₂MnO₃) qora amorf choʻkma hosil boʻladi.

Reaksiyani bajarish:

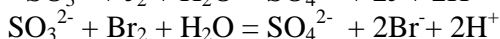
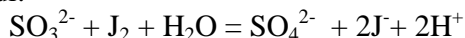
2 ta probirkaga 2–3 tomchidan Na_2SO_3 solib biriga 2n H_2SO_4 dan 2–3 tomchi va ikkalasiga 0,02 n KMnO_4 solinadi:



Birinchi probirkada KMnO_4 rangsizlanishi ikkinchisida pag‘a-pag‘a qo‘ng‘ir cho‘kma tushishini kuzating:



4. Yod va brom eritmalari bilan reaksiyasi. Sulfid ionlari neytral yoki kuchsiz kislotali muhitda yodli, bromli suvni rangsizlantiradi:

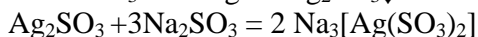
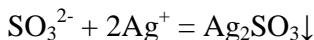


Bu reaksiyaga S^{2-} va NO_2^- - ionlari halaqit beradi.

Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 3–4 tomchi natriy sulfid eritmasidan solib, ustiga 2 N sulfat kislotasidan 2–3 tomchi va 3–4 tomchi yod yoki brom eritmasidan tomizing. Eritmaning rangi yo‘qolishini kuzating.

5. Kumush nitrat bilan reaksiyasi. Sulfid ioni kumush nitrat bilan Ag_2SO_3 oq cho‘kmasini hosil qiladi. Cho‘kma mol Na_2SO_3 da eriydi:



cho‘kma isitilganda parchalanadi:



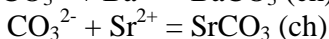
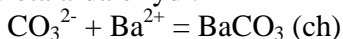
Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 2–3 tomchi Na_2SO_3 va uning ustiga tomchilatib AgNO_3 qo‘shiladi. Cho‘kmaning hosil bo‘lishi kuzatiladi. Keyin esa cho‘kmaga mol Na_2SO_3 eritmasi qo‘shiladi va uning erishi kuzatiladi. Boshqa probirkada Ag_2SO_3 hosil qilinadi va uni isitiladi. Cho‘kma rangining o‘zgarishni kuzatiladi.

CO₃²⁻ KARBONAT IONINING ANALITIK REAKSIYALARI

Karbonat ioni erkin holatda ma'lum bo'lmagan karbonat kislotaning anionidir. Bu kislota tezda parchalanib, CO₂ va H₂O hosil qiladi.

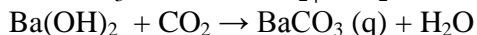
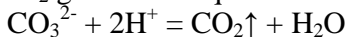
1. Bariy va stronsiy ionlari bilan reaksiyasi. Bariy va stronsiy xloridi natriy karbonat bilan oq cho'kma hosil qiladi. Cho'kmalar mineral va sirka kislotalarda eriydi:



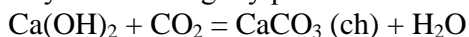
Reaksiyani bajarish

2 ta probirkaga 2–3 tomchidan natriy karbonat hamda birinchisiga bariy, ikkinchisiga stronsiy xlorididan 2–3 tomchidan qo'shiladi. Oq cho'kma hosil bo'lishini kuzating.

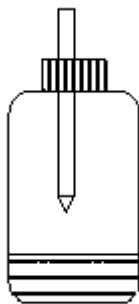
Kuchli kislotalar bilan reaksiyasi (maxsus usuli). Karbonatlar kislotalar ta'sirida CO₂ gazini hosil qiladi:



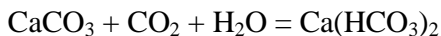
CO₂ ajralib chiqayotganini ohakli yoki baritli suvning loyqalanishidan, ya'ni Ca(OH)₂ yoki Ba(OH)₂ning to'yingan eritmasiga CO₂ ta'sir etganda, CaCO₃ yoki BaCO₃ oq cho'kmasi hosil bo'lishi tufayli eritmaning loyqalanishidan bilish mumkin:



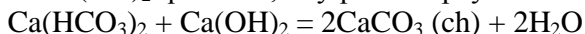
Reaksiyani bajarish:



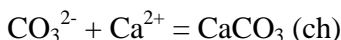
Reaksiya rasmda ko'rsatilgan asbobda olib boriladi. Probirkaga 5–6 tomchi natriy karbonat eritmasidan solib, ustiga teng hajmda 2n HCl eritmasidan qo'shing. Idish og'zini 1–2 tomchi ohakli suv solingan pipetka bilan darhol berkiting. Ohakli suvning loyqalanishini kuzating. Reaksiyaga S₂O₃²⁻ va SO₃²⁻ ionlari halaqit beradi. Ularni, avval H₂O₂ yoki KMnO₄ bilan oksidlanadi. mol miqdordagi CO₂ ta'sirida loyqa tiniqlashadi:



Yana $\text{Ca}(\text{OH})_2$ qo'shilsa, loyqalanish paydo bo'ladi:



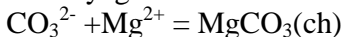
Kalsiy ioni bilan reaksiyasi. Karbonat ioni kalsiy tuzlari bilan CaCO_3 cho'kmasini hosil qiladi. Eritmada HCO_3^- ionlari bo'lsa, uni ochish CaCO_3 cho'kmasini ajratib olib, eritmaga ammiak qo'shilsa, yana CaCO_3 cho'kmasi hosil bo'ladi. Bu reaksiyalardan eritmada CO_3^{2-} va HCO_3^- birga kelganda ularni ochishda foydalaniladi:



Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 7–8 tomchi natriy karbonat va bikarbonat eritmasidan solib, ustiga 3–4 tomchi kalsiy eritmasini tomizing. Hosil bo'lgan CaCO_3 cho'kmasini sentrifugalab, cho'kmani tashlang. Sentrifugatga 3–4 tomchi ammiak eritmasidan tomizing. Yana cho'kma hosil bo'lishini kuzating.

2. Magniy tuzlari bilan reaksiyalari (maxsus usuli). Karbonat ioni magniy tuzlari bilan MgCO_3 cho'kmasini hosil qiladi. Cho'kma HCl , CH_3COOH da eriydi. HCO_3^- magniy ioni bilan faqat qaynatilganda reaksiyaga kirishadi:



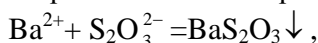
Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 3–4 tomchi natriy karbonat eritmasi olib, ustiga teng hajmda MgSO_4 eritmasidan soling. Cho'kma hosil bo'lishini kuzating. Cho'kmaning eruvchanligini xlorid va sirka kislotalardan qo'shib tekshiring.

$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ TIOSULFAT ANIONNING ANALITIK

REAKSIYALARI

1. Bariy xloridi bilan boradigan reaksiyalari. BaCl_2 tiosulfat ionlar bilan ta'sirlashib oq cho'kmani hosil qiladi:

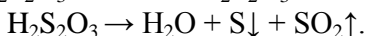
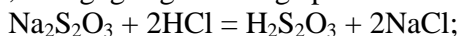


u issiq suvda va mineral kislotalarning suyultirilgan eritmalari-
da eriydi.

Reaksiyani bajarish:

Natriy tiosulfatning 4–5 tomchi eritmasiga 4–5 tomchi bariy xlorid
qo‘shiladi. Hosil bo‘lgan cho‘kmaga 10–15 tomchi distillangan suv
qo‘shiladi va qizdiriladi, shundan so‘ng cho‘kma eriydi.

2. Kuchli kislotalar bilan reaksiyalari. Kuchli kislotalarning
suyultirilgan eritmalari tiosulfat tuzlari eritmasiga ta’sir ettiril-
ganda hosil bo‘ladigan tiosulfat kislotasi shu zahotiy oq u oltingu-
gurt dioksidiga, oltingugurtga va suvga parchalanadi:

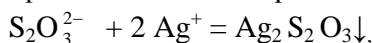


Oltingugurt ajratib olinganda eritma loyqalanadi.

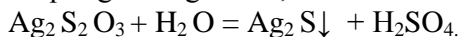
Reaksiyani bajarish:

Natriy tiosulfatning ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 4–5 tomchi eritmasiga 4–5
tomchi xlorid kislotasining eritmasidan qo‘shiladi. Eritmani qiz-
dirilganda ozod oltingugurtning ajralib chiqishi oqibatida, uning
loyqalanishi kuzatiladi.

3. Kumush nitrat bilan reaksiyasi. AgNO_3 tiosulfat ionlar bilan
kumush tiosulfati oq cho‘kmasini hosil qiladi:



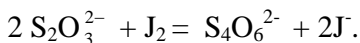
U keyinchalik qo‘ng‘ir tusga kirib, kumush sulfidiga aylanadi:



Reaksiyani bajarish:

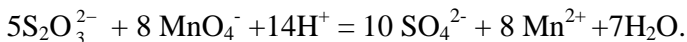
4–5 tomchi natriy tiosulfati $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ eritmasiga cho‘kma hosil
bo‘lgunga qadar 4–5 tomchi kumush nitrat qo‘shiladi, bunda
cho‘kmaning oqdan qo‘ng‘ir rangga o‘tishi kuzatiladi.

4. Oksidlovchilar bilan reaksiyalari. Yod eritmasi tiosulfatlar
bilan ta’sirlashganda tiosulfatlarni tetraionatlarga o‘tishi
kuzatiladi:



Reaksiyani bajarish:

4–5 tomchi natriy tiosulfati eritmasiga 4–5 tomchi yod
eritmasi qo‘shiladi. Kislotali muhitda tiosulfat ionlar kaliy
permanganati bilan ta’sirlashadi:

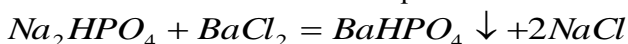


Reaksiyani bajarish:

4–5 tomchi KMnO_4 eritmasiga 2–3 tomchi 2N sulfat kislotasi va 6–7 tomchi natriy tiosulfat qo‘shiladi. Eritmaning rangsizlanishi kuzatiladi.

HPO_4^{2-} GIDROFOSFAT ANIONING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Bariy xlorid bilan reaksiya. BaCl_2 neytral muhitda gidrofosfat ionlar bilan ta’sirlashib bariy gidrofosfatining oq cho‘kmasini hosil qiladi:



Ishqoriy muhitda yoki HPO_4^{2-} ga NH_4OH qo‘shilganda ularning oxirgisi o‘rta tuzning hosil bo‘lishi bilan PO_4^{3-} ga o‘tadi.

Bunda

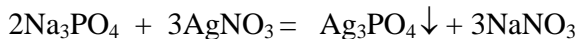
$$2\text{Na}_2\text{HPO}_4 + 2\text{NH}_4\text{OH} + 3\text{BaCl}_2 = \text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2 \downarrow + 4\text{NaCl} + 2\text{NH}_4\text{Cl} + 2\text{H}_2\text{O}$$

BaHPO_4 va $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$ mineral kislotalarda eriydi (sulfat kislotadan tashqari).

Reaksiyani bajarish:

4–5 tomchi natriy gidrofosfati eritmasi 4–5 tomchi bariy xlorid eritmasi qo‘shiladi. Bunda, xlorid va nitrat kislotalar eritmalarida cho‘kmaning erishi kuzatiladi.

2. Kumush nitrat bilan reaksiyalar. Kumush nitrat fosfat ionlar bilan kumush fosfati sariq cho‘kmasini hosil qiladi:

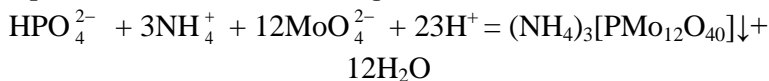


u mineral kislotalarda va ammoniy gidroksidida eriydi.

Reaksiyani bajarish:

4–5 tomchi natriy fosfat eritmasiga 5–6 tomchi kumush nitrat eritmasidan qo‘shiladi, xlorid, nitrat kislota va ammoniy gidroksid eritmalarida cho‘kmaning erishi kuzatiladi.

3. Molibden suyuqligi bilan reaksiyasi. Ammoniy molibdati $((\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4)$ nitrat kislota muhitida HPO_4^{2-} bilan fosformolibdat sariq kristall cho'kmasini hosil qiladi:



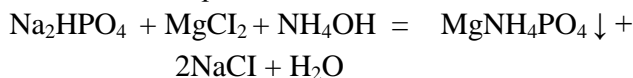
U keyinchalik natriy gidrofosfatida eriydi, shuning uchun bunda cho'kmaga reaktivni qo'shish kerak bo'ladi.

Reaksiyani bajarish:

5–6 tomchi molibdenli suyuqlik eritmasiga bir nechta tomchi nitrat kislota qo'shiladi va $50 - 60^\circ\text{C}$ gacha qizdiriladi hamda 1–2 tomchi Na_3PO_4 qo'shiladi. Bunda, sariq kristall cho'kmasi hosil bo'ladi.

Agarda, eritmada SO_3^{2-} , SO_4^{2-} va S^{2-} lar bo'lsa, unda ular Mo(VI) bilan ta'sirlashishadi, bunda ular "molibdenovuyutsin" ni hosil qilishadi (bu yerda molibden oksidlanishning eng past darajasida joylashadi) va bunda RO_4^{3-} bilan sifat reaksiya kuza-tilmaydi. Shuning uchun ham agar yuqorida keltirilgan ionlarga sifat reaksiyalari ijobiy bo'lsa, unda o'rganilayotgan eritmani natriy kislota bilan qizdiriladi.

4. Magnezial aralashma bilan reaksiya. Magniy tuzi, NH_4OH va NH_4Cl (magnezial aralashma) gidrofosfat ionlar bilan oson eruvchi oq cho'kmani hosil qiladi:



Yoki:



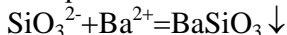
Reaksiyani bajarish:

4–5 tomchi natriy gidrofosfat eritmasiga 4–5 tomchi magnezial aralashma eritmasi qo'shiladi, bunda oq cho'kma ajralib chiqadi, u keyinchalik xlorid va nitrat kislota eritmalarida eriydi.

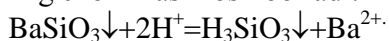
SiO₃²⁻ SILIKAT ANIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

Natriy va kaliy silikatlarini (Na_2SiO_3 va K_2SiO_3) rangsiz va suvda yaxshi eriydi.

1. Bariy xlorid bilan reaksiyasi. BaCl_2 silikat ionlar bilan ta'sirlashib bariy silikati oq cho'kmasini hosil qiladi:



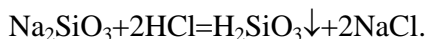
Agar cho'kmaga kuchli kislotalar bilan ta'sir ko'rsatilsa, unda kremniy kislotasining cho'kmasi hosil bo'ladi:



Reaksiyalarni bajarish:

5–6 tomchi natriy silikatiga 3–4 tomchi reaktiv eritmasidan qo'shiladi va bunda oq amorf cho'kma tushadi, uning vorod xlorid kislotasiga ta'siri natijasida amorf cho'kma (H_2SiO_3) hosil bo'ladi.

2. Kuchli kislotalarning ta'siri. Silikatga kuchli kislotalarning suyultirilgan eritmalaridan qo'shilganda kremniy kislotasining amorf cho'kmasi hosil bo'ladi:

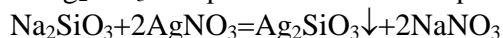


3. NH_4Cl , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ yoki $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ lar bilan reaksiyalar. Ma'lumki, silikatlar suvli eritmalarda gidrolizga uchraydi:

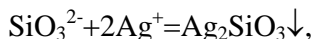


Ularga NH_4Cl , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ yoki $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ qo'shilganda ular natriy gidroksid bilan ta'sirlashishadi va reaksiyaning muvozanati kremniy kislotasining H_2SiO_3 hosil bo'lish tarafiga siljiydi.

4. Kumush nitrat bilan reaksiyasi. AgNO_3 silikat ionlar bilan kumush silikati Ag_2SiO_3 sariq cho'kmasini hosil qiladi:



yoki:



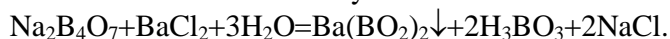
u nitrat kislotada eritilishi mumkin.

Reaksiyalarni bajarish:

5–6 tomchi natriy silikatiga 3–4 tomchi kumush nitrati eritmasidan qo‘shiladi. Bunda nitrat kislota ta’sirida erib ketuvchi sariq cho‘kma tushadi.

B₄O₇²⁻ TETRABORAT ANIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

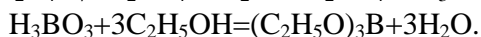
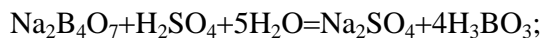
1. Bariy xloridi bilan reaksiya. BaCl₂ bura bilan bariy metaborati oq cho‘kmasini hosil qiladi, u konsentrlangan sirka, vodorod xlorid va nitrat kislotalarda eriydi.



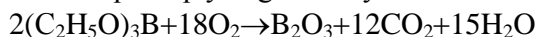
Reaksiyalarni bajarish:

Bura eritmasiga 5–6 tomchi bariy xlorid qo‘shiladi. Tushgan cho‘kma yuqorida keltirilgan kislotalarning eritmalarida eriydi.

2. Olovni ranglantirish reaksiyalari. Borat ionlarning uchuvchan birikmalari etil spirti va sulfat kislota bilan rangsiz olovni yashil rangga o‘zgartiradi, bunda bor-efirning uchuvchan birikmalari hosil bo‘ladi:



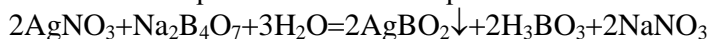
Yonish vaqtida quyidagi reaksiya sodir bo‘ladi:



Reaksiyani bajarish:

Reaksiyani tigelda yoki farforli kosachada o‘tkaziladi. Tigelga 1–2 ml bura eritmasidan qo‘shiladi va quruq holga kelgunga qadar bug‘latiladi, keyin u erga 10–15 tomchi etil spirti va 4–5 tomchi konsentrlangan sulfat kislota qo‘shiladi, shisha tayoqcha yordamida aralashtirib uni gorelka alangasiga tutiladi va alanga rangining o‘zgarishi kuzatiladi (bunda, alanga yashil rangga kiradi).

3. Kumush nitrat bilan reaksiya. Bura AgNO₃ bilan ta’sirlashib, kumush metaborati oq cho‘kmasini hosil qiladi:



U keyinchalik ammoniy gidroksid va nitrat kislotalarda eriydi:

Laboratoriya ishi №8

II GURUH ANIONLARINING ANALITIK REAKSIYALARI (Cl^- , J^- , Br^- , S^{2-})

Anionlarning II guruhiga kislorodsiz kislota qoldiqlari kiradi - Cl^- , Br^- , J^- , S^{2-} va boshqalar. Ushbu guruh anionlari kumush bilan ta'sirlashib, suvda va suyultirilgan nitrat kislotada erimaydigan tuzlarni hosil qiladi. Anionlarning II guruhi uchun kumush nitratning suyultirilgan eritmasi guruhdagi reagent hisoblanadi.

Anionlarning II guruhi AgNO_3 bilan ta'sirlashib, suvda erimaydigan, lekin nitrat kislotada eriydigan tuzlarni hosil qiladi. Ularning bunday xususiyatini anionlarning II guruhini ajratish uchun qo'llaniladi (anionlarning I guruhi aniqlashlarga halaqit bermaydi). II guruhi anionlari Ba^{2+} bilan suvda yaxshi eruvchi tuzlarni hosil qiladi, aniqrog'i ular BaCl_2 bilan cho'kmalarni hosil qilmaydi.

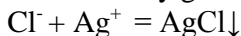
Xlorid va yodid ionlar muhim biologik vazifani bajarishadi va ularning birikmalari qishloq xo'jaligida keng qo'llaniladi. Ichimlik suvidagi xlorid ionining miqdori 40 mg/l dan oshmasligi kerak.

Mineral qazilmalar o'zining tarkibida NH_4Cl , KCl , $\text{KCl}\cdot\text{NaCl}$ (silvinit) kabi birikmalar ko'rinishidagi xlor ionlarini saqlaydi.

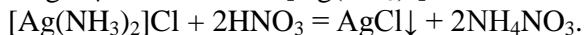
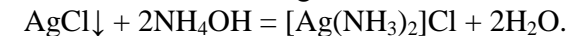
Cl^- XLORID ANIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

AgCl , Hg_2Cl_2 va PbCl_2 lardan tashqari xlorid ionlar suvda yaxshi eriydi va rangsizdirlar.

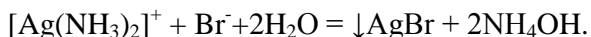
1. Kumush nitrat bilan reaksiyasi. AgNO_3 xloridlar bilan kumush xloridi oq cho'kmasini hosil qiladi: u yorug'lik ta'sirida kumush metallining hosil bo'lishi bilan parchalanadi. AgCl kislotalarda erimaydi, lekin ammoniy gidroksidda eriydi:



Hosil bo'lgan kompleksga nitrat kislota eritmasi qo'shilganda qaytadan kumush xlorid cho'kmaga tushadi:

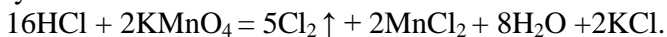


Agarda, eritmada AgCl dan tashqari yana AgJ va AgBr lar bo'lsa, unda ammoniy gidroksid ta'sirida AgJ umuman erimaydi, chunki uning eruvchanlik ko'paytmasi kichik ($EK_{AgJ}=1,5 \cdot 10^{-16}$ $EK_{AgBr}=7,7 \cdot 10^{-13}$). Shuning uchun, kumush xloridini yodid va bromiddan ammoniy karbonatda eritib ajratiladi. Ba'zida esa mahsus aralashmadan foydalaniladi (1 litrda 0,25 M $NH_4OH+0,25M KNO_3+0,01 M AgNO_3$). Aralashma tarkibida $[Ag(NH_3)_2]^+$ majud bo'ladi, ular Br^- ni kumush bromid ko'rinishida cho'ktiradi:



O'rganilayotgan AgCl, AgBr va AgJ aralashmasidan faqatgina AgCl eritmaga o'tadi.

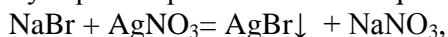
2. MnO_2 , $KMnO_4$, $KClO_3$ va $K_2Cr_2O_7$ lar bilan reaksiyalari. Kislotali muhitda kuchli oksidlovchilar Cl^- ni erkin xlogacha oksidlaydi:



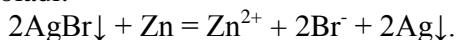
Br⁻ BROMID ANIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

AgBr, Hg_2Br_2 va $PbBr_2$ lardan tashqari bromidlar suvda yaxshi eriydi va ular rangsizdirlar.

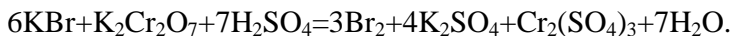
1. Kumush nitrat bilan reaksiyasi. $AgNO_3$ bromidlar bilan kumush bromidi yorqin sariq cho'kmani hosil qiladi:



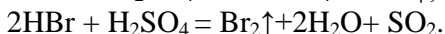
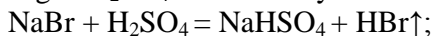
U keyinchalik nitrat kislotada yaxshi eriydi, lekin ammiakda kam eriydi, ammoniy karbonatida umuman erimaydi; KCN va $Na_2S_2O_3$ larda yaxshi eriydi. Anionlarning aralashmasini analiz qilishda bromid ionlar cho'kma holida aniqlanadi, ular o'rganilayotgan eritmani kumush nitrat ta'sirida olinadi. Agarda, AgBr ga rux va suv yoki 2N H_2SO_4 aralashmasi bilan ta'sir ettirilsa, unda AgBr parchalanadi va bunda kumush metalli ajralib chiqadi, Br^- esa eritmada qoladi:



2. Kuchli oksidlovchilarning ta'siri. Xlorli suv, MnO_2 , $KMnO_4$ va $K_2Cr_2O_7$ lar bromidlar bilan erkin bromni hosil qilib ta'sirlashadi:



3. Konsentrlangan H_2SO_4 bilan reaksiya:

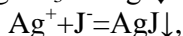
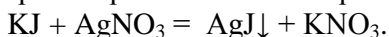


Qo'ng'ir gazning ajralib chiqishi erkin bromning hosil bo'lishini bildiradi va shunga muvofiq analiz qilinayotgan eritmada brom ionlarining mavjudligini ham tasdiqlaydi.

J'YODID ANIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

AgJ , PbJ_2 , Hg_2J_2 va Cu_2J_2 tuzlari suvda erimaydi va rangsiz.

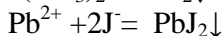
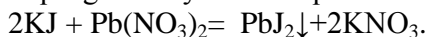
1. Kumush nitrat bilan reaksiyasi. AgNO_3 yodid ionlar bilan kumush yodid yorqin sariq cho'kmani hosil qiladi:



U nitrat kislotada, ammoniy gidroksidida erimaydi, lekin $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ da tezda erib ketadi:



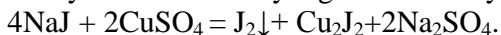
2. Qo'rg'oshin tuzlari bilan reaksiyasi. Pb^{2+} tuzlarining yod ionlariga ta'sirida qo'rg'oshin yodid sariq cho'kmasi hosil bo'ladi:



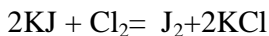
Reaksiyalarni bajarish:

4–5 tomchi KJ eritmasiga xuddi shuncha tomchi qo'rg'oshin nitratini qo'shiladi va eritma aralastiriladi. Qizdirilganda hosil bo'lgan cho'kma eriydi, u sovutilganda qaytadan cho'kmaga tushadi.

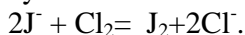
3. Oksidlovchilar bilan reaksiyasi. Cl^- va Br^- lardan farqli o'laroq J⁻ osonroq oksidlanadi. Hattoki, Fe^{3+} va Cu^{2+} kabi kuchsiz oksidlovchilar ham yodidlarni erkin yodgacha oksidlaydi:



Oksidlovchilar sifatida xlorli suv yoki nitritlardan foydalaniladi. Bunda eritmada loyqalanadi, kraxmal qo'shilganda esa ko'k rangga kiradi:

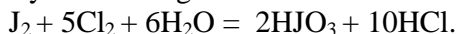


yoki ion holatda:



Organik erituvchilar (CHCl_3 , CCl_4 , benzol, benzin) yodni ekstraksiyalaydi, uni binafsha-qizg'ish rangga burkaydi.

Xlorli suvni qo'shish natijasida rang yo'qoladi, modomiki bunda erkin yod yodat ionlargacha oksidlanadi.



Yodni aniqlashni $2\text{N H}_2\text{SO}_4$ muhitida olib boriladi, chunki, ishqoriy muhitda yod uchun muvofiq keluvchi rang yo'qoladi:



Agarda, o'rganilayotgan eritmada SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ va S^{2-} lar mavjud bo'lsa, unda ular yodning aniqlanishiga halaqit berishadi; ularning ta'sirini yo'qotish uchun kislotali muhitda KMnO_4 eritmasini qo'llaniladi.

KNO_2 va NaNO_2 lar kislotali muhitda yodidlarni erkin yodgacha oksidlashadi:



Ushbu reaksiya yodid ionlarini aniqlash uchun qulaydir, chunki kislotali muhitda xlor va brom ionlari nitrit ionlar bilan ta'sirlashmaydi.

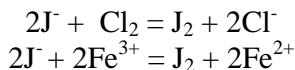
Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 2–3 tomchi natriy xlorid eritmasidan solib, ustiga 3–5 tomchi kumush nitratdan tomizing. Bunda oq cho'kmaning hosil bo'lishini kuzating. Cho'kmaga 5–10 tomchi konsentrlangan ammiak eritmasi yoki ammoniy karbonatdan qo'shing. Cho'kmaning erishini kuzating. Keyin esa probirkadagi cho'kmani 2 qismga bo'ling va birinchisiga 5 tomchi konsentrlangan nitrat kislotasi, ikkinchisiga esa 5 tomchi kaliy yod eritmasidan tomizing. Bunda ikkala probirkada cho'kmalarning hosil bo'lishini kuzating.

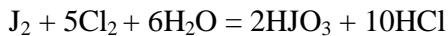
Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 2–3 tomchi kaliy yodid eritmasidan solib, ustiga 2–3 tomchi kumush nitrat eritmasi tomiziladi. Cho'kma hosil bo'lishi kuzatiladi. Cho'kmaning eruvchanligini $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ eritmasida tekshiriladi.

Xlorli suv va boshqa oksidlovchilar bilan reaksiyasi (maxsus): Xlorli suv, MnO_4^- , Fe^{3+} , NO_2^- ionlari kislotali muhitda yodid ionlarini erkin holdagi yodgacha oksidlaydi:



Erkin holdagi yod xloroform yoki benzolda yaxshi ekstraksiyalanadi va organik erituvchini binafsha rangga bo‘yaydi. Ortiqcha qo‘shilgan xlorli suv erkin yodni iodat kislotasigacha oksidlaydi:



Reaksiyani bajarish:

Probirkaga 2–3 tomchi kaliy yodid eritmasi solib, ustiga tomchilatib xlorli suv qo‘shiladi. Erkin holdagi yodning ajralishi kuzatiladi. Xloroform qo‘shib chayqatiladi va organik qavatda rangning o‘zgarishi kuzatiladi. Keyin esa ortiqcha xlorli suv qo‘shiladi va organik qavatda rangining yo‘qolishi kuzatiladi. Buni qanday izoxlash mumkin?

4. Yodkraxmal qog‘ozi bilan reaksiyasi. Erkin xoldagi yod kraxmal eritmasini ko‘k rangga bo‘yaydi. Reaksiya juda sezgir va spetsifikdir.

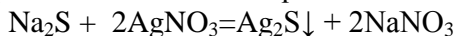
Reaksiyani bajarish:

Yodkraxmal qog‘oziga bir tomchi $NaNO_2$ yoki KNO_2 eritmasi kislotali muxitda KJ eritmasidan bir tomchi va ustiga yana nitritlardan bir tomchi tomiziladi. Bunda ko‘k rang hosil bo‘ladi. Qanday reaksiya boradi?

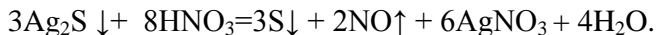
S²⁻ SULFID ANIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

Ammoniy, ishqoriy va ishqoriy er metallari sulfidlari (Na_2S , K_2S , CaS , VaS , MgS) suvda yaxshi eriydi, Al_2S_3 va Cr_2S_3 lar to‘liq gidrolizlanadi va natijada $Al(OH)_3$ va $Cr(OH)_3$ cho‘kmalari tushadi.

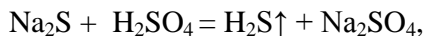
1. Kumush nitrat bilan reaksiya. $AgNO_3$ sulfid ionlar bilan kumush sulfid qora cho‘kmasini hosil qiladi:



Kumush sulfidi ammoniy gidroksidda erimaydi, lekin erkin oltingugurtning hosil bo‘lishi bilan suyultirilgan nitrat kislotada eriydi:

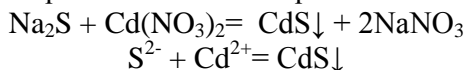


2. Kuchli kislotalar bilan reaksiya. Suyultirilgan H_2SO_4 va HCl eritmalari sulfidlar bilan ta'sirlashganda vodorod sulfidni hosil qilishadi:

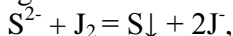


Uni o'zining hidi bo'yicha aniqlashadi, shuningdek $Pb(CH_3COO)_2$ eritmasi bilan shimdirilgan filtr qog'ozning qora rangga o'tishi bilan ham aniqlanadi.

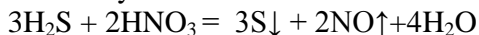
3. Kadmiy tuzlari bilan reaksiyasi. Cd^{2+} S^{2-} bilan ta'sirlashib kadmiy sulfidi sariq cho'kmasini hosil qiladi:



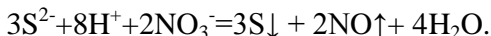
4. Oksidlovchilar bilan reaksiya. S^{2-} xlorli, bromli yoki yodli suv bilan erkin oltingugurtgacha oksidlanadi:



uni eritmaning rangsizlanishidan aniqlash mumkin. Konsentrlangan nitrat kislota sulfid ionlarni erkin oltingugurtgacha oksidlaydi:



yoki ion ko'rinishida:



Laboratoriya ishi №9

III GURUH ANIONLARINING ANALITIK REAKSIYALARI (NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^-)

III guruh anionlarning analitik guruhiga NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- va boshqalar kiradi. Ushbu anionlar Ba^{2+} va Ag^+ bilan suvda yaxshi eruvchi tuzlarni hosil qiladi. Ular uchun guruh reagenti mavjud emas.

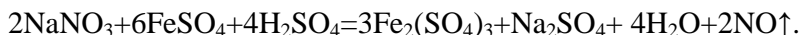
NO_3^- ionini $NaNO_3$, KNO_3 , NH_4NO_3 va $Ca(NO_3)_2$ qazilmalarida saqlanadi. Tabiiy suvlarning tarkibida ham NO_3^- ionlari mavjuddir. Ichimlik suvida nitrat ionlarning miqdori 20 mg/l ni tashkil qiladi. NO_2^- o'zining hossalari bo'yicha NO_3^- dan farqlanadi. Agarda, ichimlik suvida nitrit ionlar mavjud bo'lsa, unda bunday suv ichishga yaroqsiz bo'ladi. CH_3COO^- ionlar sirka

kislotaning yoki uning tuzlarining dissotsiatsiyasi natijasida hosil bo‘ladi, shuningdek dorivor preparatlar tarkibiga kiradi.

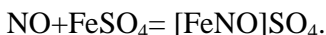
NO₃ nitrat anionning analitik reaksiyalari

nitrat ionlar rangsiz va tuzlari suvda ya‘shiydi.

1. Temir (II) sulfati bilan reaksiyasi. FeSO₄ nitrat kislota va uning tuzlari bilan azot (II) oksidining hosil bo‘lishi bilan ta‘sirlashadi:



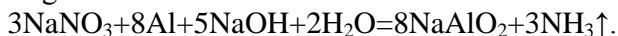
Azot (II) oksidining qoldiq qismi FeSO₄ reaktivi bilan ta‘sirlashib, qo‘ng‘ir rangli barqaror bo‘lmagan kompleksni hosil qiladi:



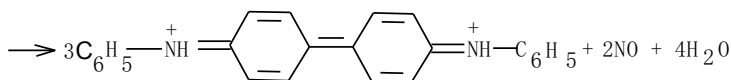
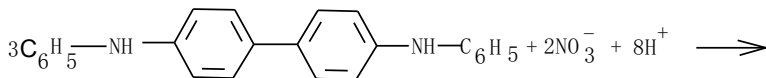
2. Mis bilan reaksiyasi. Mis sulfat kislota ishtirokida nitratlarni azot (II) oksidigacha qaytaradi:



3. Aluminiy yoki rux bilan reaksiya. Aluminiy yoki rux metalli natriy ishqori ishtirokida nitrat ionlarni ammiakkacha qaytaradi, u o‘tkir hidli gaz hisoblanadi:



4. Difenilamin (C₆H₅)₂NH. bilan reaksiyasi. Difenilamin eritmasi konsentrlangan sulfat va nitrat kislotalarda nitrat ionlar bilan pushti rangdagi birikmalarni hosil qiladi. Difenilamin bilan reaksiyasi (maxsus). Difenilamin (C₆H₅)₂NH nitritlar, nitratlar va boshqa kuchli oksidlovchilar bilan konsentrlangan H₂SO₄ ishtirokida ko‘k rang hosil qiladi:



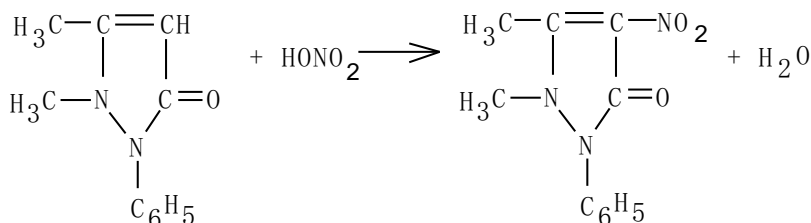
Shunday natija BrO³⁻ ioni bilan ham kuzatiladi. Kuchli qaytaruvchilar S²⁻, SO₃²⁻,

S₂O₃²⁻, J⁻ reaksiyaga halaqit beradi.

Ish tartibi:

Farfor tigelga yoki toza, quruq soat oynasiga 5 tomchi difenilaminning konsentrlangan sulfat kislotadagi eritmasi va 5 tomchi natriy nitrat yoki nitrit qoʻshiladi. Ravshan koʻk rang hosil boʻladi.

Antipirin bilan reaksiyasi. Antipirin $C_{11}H_{12}N_2O$ nitrat ionlari bilan kuchli kislotali sharoitda qizil rangli nitroantipirin hosil qiladi:



Ish tartibi:

Probirkaga 2 tomchi natriy nitrat tuzi eritmasidan solib, ustiga 2 tomchi 5%li antipirin eritmasi qoʻshilib va ehtiyotlik bilan konsentrlangan sulfat kislotasi tomizilib (12–15 tomchi), har bir tomchidan soʻng probirka silkitiladi. Ravshan qizil rangning hosil boʻlishi kuzatiladi.

NO_2^- NITRIT ANIONINING ANALITIK REAKSIYALARI

1. Sulfanil kislota va alfa-naftilamin bilan maxsus reaksiyalar. NO_2^- sulfanil kislota va alfa-naftilamin bilan ularga xos reaksiyalarni beradi, u judayam sezuvchan va selektiv hisoblanadi.

Reaksiyalarni barajarish:

Shisha plastinkaga neytral yoki kuchsiz kislotali muhitda 1–2 tomchi NaNO_2 (yoki KNO_2) tuzi va 1 tomchidan sulfanil kislota

$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ va $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}_2$ joylashtiriladi. Oʻziga xos qizil rangning hosil boʻlishi nitrit ionlarning mavjudligidan dalolat beradi.

2. Kislotalar bilan reaksiyalari. Kislotalar nitrit ionlarni parchalaydi: $2\text{KNO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{NO}_2 + \text{NO} + \text{H}_2\text{O}$.

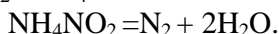
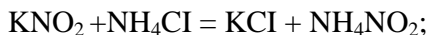
3. Kaliy yodid bilan reaksiyasi. KJ kislotali muhitda nitritlar bilan ta'sirlashib, erkin yodgacha oksidlanadi. $2\text{NO}_2^- + 2\text{J}^- + 4\text{H}^+ = \text{J}_2 + 2\text{NO}\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$

Mineral kislotalarning suyultirilgan eritmalarida J^- ioni boshqa oksidlovchilar ta'siridan ham oksidlangani uchun reaksiyani sirka kislota muhitida o'tkazish maqsadga muvofiqdir.

4. Kaliy permanganati bilan reaksiyasi. KMnO_4 sulfat kislota muhitida NO_2^- ni NO_3^- gacha oksidlaydi, bunda eritmaning rangsizlanishi kuzatiladi.



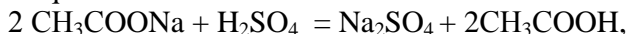
5. Nitrit ionlarni yo'qotish. NO_2^- nitrat ionlarni aniqlashda qo'llaniladi, shuning uchun ularni avvaldan NH_4Cl yordamida yo'q qilinadi. Buning uchun o'rganilayotgan aralashmaga quruq NH_4Cl solinadi va 5–8 daqiqa davomida suv hammomida qizdiriladi:



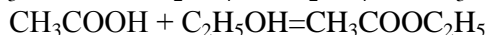
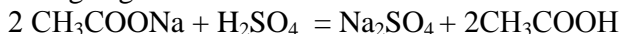
Nitrit ionlarning to'liq yo'q bo'lganligini analiz qilinuvchi eritmaning KMnO_4 yordamida tekshiriladi.

CH_3COO ga sifat reaksiyalar

1. Sulfat kislota bilan reaksiya. H_2SO_4 atsetatlar bilan ta'sirlashganda sirka kislotasini ajratib chiqaradi: buning o'tkir hididan aniqlanadi.



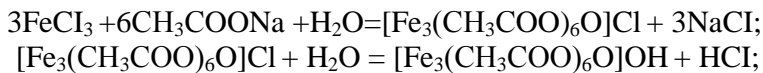
2. Etil spirti bilan reaksiya. Etanol konsentrlangan sulfat kislota ishtirokida sirka kislotasi bilan sirka etil efirini hosil qiladi, u yoqimli hidga ega.



Reaksiyalarni bajarish: Atsetat ionlar saqllovchi eritmaga 3–4 tomchi etanol, konsentrlangan H_2SO_4 qo'shiladi va qizdiriladi. So'ngra aralashmani stakanga sovuq suv yordamida quyiladi va bunda sirka etil efirining hidi paydo bo'ladi.

3. Temir (III) xloridi bilan reaksiyasi. FeCl_3 neytral muhitda atsetatlar bilan suvda eriydigan qizil-qo'ng'ir rangga ega kompleks birikmani hosil qiladi, u suv bilan suyultirilganda va

qizdirilganda asosiy atsetat cho'kmasining hosil bo'lishi bilan parchalanadi:



Anionlar Reaktivlar	SO_4^{2-}	SO_3^{2-}	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	CO_3^{2-}	PO_4^{2-}
BaCl ₂ , neytral yoki kuchsiz ishqoriy muhit	Oq cho'kma BaSO ₄	Oq cho'kma BaSO ₃	Oq cho'kma BaS ₂ O ₃	Oq cho'kma BaCO ₃	Oq cho'kma BaHPO ₄
Bariy tuzlari HCl li muhitda	erimaydi	Eriydi SO ₂ gazi ajraladi	Eriydi, SO ₂ gazi va S ajraladi.	Eriydi CO ₂ gazi ajraladi	eriydi
Magnezial aralashma (MgCl ₂ +NH ₄ OH + NH ₄ Cl)	-	-	-	-	Oq cho'kma MgNH ₄ PO ₄
Molibden suyuqligi (NH ₄) ₂ MoO ₄ +HNO ₃)	-	-	-	-	(NH ₄) ₃ PO ₄ * 12MoO ₃ * 2H ₂ O
Oksidlovchilar KMnO ₄ , J ₂	-	Eritma rangsizlanadi	Eritma rangsizlanadi	-	-
Ammoniy tuzi NH ₄ Cl, (NH ₄) ₂ SO ₄	-	-	-	-	-
Fuksin	-	Pushi rang yo'qoladi	-	-	-

Laboratoriya ishi №10. Anionlarning sifat analizi

O'rganilayotgan eritmada faqatgina quyidagi anionlar saqlanishi mumkin: 1, 2 va 3-chi guruh: sulfat-, sulfit-, tiosulfat-, karbonat-, fosfat-, borat-, arsenit-, arsenat-, silikat-, xromat-, xlor-, brom-, yod-, nitrat-, nitrit- va atsetat ionlar, shuningdek gidroksid

ionlar ham. Boshqa ionlar mavjud emas. Kationlardan esa faqatgina kaliy va natriy kationlari mavjud bo'lishi mumkin. Anion-qaytaruvchilar chizib qo'yilgan.

Kasrli usulda ba'zi bir anionlarning paydo bo'lishi va ularni yaxshilab tekshirish

1. Indikator qog'oz yordamida o'rganilayotgan eritmaning pH aniqlash. Agarda eritma kislotali bo'lsa ($\text{pH} < 5$), unda eritmada SO_3^{2-} , tiosulfat- va nitrit ionlari saqlanishi mumkin emas. Agarda pH 5 dan kichik bo'lsa va eritma yorqin bo'lsa, unda ushbu eritmada kremniy kislotasining anionlari mavjud bo'lmaydi.

2. O'rganilayotgan eritmaning oksidlanishida gazlarni ajratish namunasi. Eritmaning bir nechta tomchisini 2N sulfat kislotasi bilan ishlov beriladi va probirkani yengil chayqatiladi. Hech qanday hidga ega bo'lmagan gazning ajralib chiqishi CO_3^{2-} ning mavjudligidan dalolat beradi. Ushbu holatni tasdiqlanishi ushbu gaz baritli suvning loyqalanishini chaqiradimi yoki chaqirmasligini aniqlash uchun gazli pribori yordamida tekshiriladi. Agarda, gaz kaliy permanganati yoki yodining kuchsiz eritmasini hosil bo'lishini ta'minlovchi yonuvchi oltinugurtning o'tkir hidi bilan ajralsa va eritma bunda yorqin tusda saqlansa, unda bu eritmada sulfid va tiosulfat ionlarning ionining mavjudligini hamda barcha kuchli oksidlovchilarning (nitrat ionidan tashqari) mavjud emasligini tasdiqlaydi. Agarda, sulfidli gazning ajralib chiqishi bilan eritma tezda yoki qanchadir vaqtdan so'ng loyqalansa, unda bu eritmada tiosulfat ionlarning mavjudligidan va nitrit-, xromat- va arsenat-ionlar kabi oksidlovchilarning mavjud emasligidan dalolat beradi.

Sulfid kislotaning anionlariga nisbatan ma'lum xulosaga kelish qiyin. O'rganilayotgan eritmaning quyi oksidlanishidan yoki paxtasimon cho'kmalarning tushishi tiosulfat ionlarni emas, balki silikat ionlarning mavjudligidan dalolat beradi. Agarda eritma namunasini quyi oksidlashda konsentrlangan nitrat kislotasi hidiga ega qo'ng'ir gaz ajralib chiqsa, unda bu eritmada nitrit ionlarning mavjudligidan va unda kuchli qaytaruvchilarning (sulfid-,

tiosulfat- va yod-ionlar) mavjud emasligidan dalolat beradi. Ushbu xulosa shuningdek o'rganilayotgan eritmani alfanitrozobetanaftol va sulfanil kislota bilan reaksiyasi yordamida tasdiqlanadi. Agarda, quyi oksidlangan eritmani sulfat kislotasi bilan qizdirilganda sirka hidi sezilsa, unda eritmada atsetat ionlar mavjudligidan dalolat beradi.

3. O'rganilayotgan eritmada anion-qaytaruvchilarning mavjudligini bildiruvchi namuna analizi. O'rganilayotgan eritmaning bir nechta tomchilariga ishqoriy reaksiyaga qadar natriy gidroksid va bitta tomchi kaliy permanganati qo'shiladi, so'ngra namunani suv hammomida qizdiriladi. Qo'ng'ir $MnO(OH)_2$ cho'kmasining tushishi eritmada anion-qaytaruvchilarning (bromid va nitrit ionlardan tashqari) mavjudligidan dalolat beradi. Agarda ushbu tekshiruv ijobiy natija bersa, unda o'rganilayotgan eritmaning yangi namunasini 2N sulfat kislota bilan quyi oksidlanadi va unga 1 tomchi tiosulfat va sulfit ionlardan qo'shiladi.

4. Anion-oksidlovchilarning mavjudligini aniqlovchi namuna (nitrat iondan tashqari) analizi. Ushbu namunani agar avvalgi tekshiruvlarda ion-qaytaruvchilar aniqlanmagan holatlarda qo'llaniladi. O'rganilayotgan eritmaning bir nechta tomchilariga kislotali reaksiyagacha 2N sulfat kislota va ozroq benzol, 1 tomchi kaliy yodid eritmasidan qo'shiladi. Probirkani chayqatiladi, bunda benzol halqadagi binafsha rangning paydo bo'lishi oksidlovchilarning mavjudligidan dalolat beradi (nitrat iondan tashqari).

5. Birinchi guruh anionlarini mavjudligini aniqlovchi namuna analizi. O'rganilayotgan eritmaning bir nechta tomchilariga teng hajmda bariy xloridi yoki nitrati va 1 tomchi 2N ishqor qo'shiladi (kuchsiz ishqoriy reaksiyagacha). Bunda cho'kmaning tushishi birinchi guruh anionlarining mavjudligidan dalolat beradi. Agarda, tiosulfat ionlar mavjud bo'lmasa, unda olingan cho'kмага kislotali reaksiyagacha HCl qo'shiladi va agarda cho'kma to'liq erib ketsa, unda bu eritmada sulfat ionlarning mavjud emasligidan dalolat beradi.

6. Silikat ionlarini aniqlash. O'rganilayotgan eritmaning bir nechta tomchilariga 3–4 tomchi ammiak qo'shiladi (kuchsiz ishqoriy reaksiyagacha) va quruq ammoniy xlorid qo'shiladi,

buning natijasida eritmani suv hammomida qizdiriladi. Olingan eritmani sentrifugalash yo‘li orqali cho‘kmadan ajratiladi (cho‘kma H_2SiO_3) va uni boshqa anionlarni aniqlash uchun qo‘llaniladi, uning aniqlanishiga bunda silikat ionlar halaqit beradi (sulfit-, sulfat-, tiosulfat- ionlar ishtirokida, PO_4^{3-} ; arsenat- va arsenit-ionlar).

7. Karbonat ionlarini sulfit va tiosulfat ionlar ishtirokida kasrli aniqlash. Gazli uskunaning katta probirkasiga 10 tomchi o‘rganilayotgan eritmada solinadi, 5–6 tomchi vodorod peroksidi qo‘shiladi. Uskunaning kichik probirkasiga yorqin baritli suv quyiladi. Katta probirkaga 2N sulfat kislotaning teng hajmidan qo‘shiladi va uni probka bilan tezlik bilan berkitiladi, uning chiqish yakuni baritli suvga tushirilgan bo‘lishi kerak. Agarda ajralib chiquvchi gaz baritli suvning loyqalanishi sodir bo‘lsa, unda bu eritmada karbonat ionlarning mavjudligidan dalolat beradi.

8. Xromat ionlarining kasrli aniqlanishi – qachonki o‘rganilayotgan eritma sariq bo‘lsa va unda oksidlovchilar aniqlangan holatda amalga oshiriladi. Xromat ionlarning aniqlanishini perxromat kislotasining hosil bo‘lish reaksiyasi yordamida olib boriladi.

9. Borat ionlarining kasrli aniqlanishi – alangani bor ftoridi yordamida yashil rangga bo‘yash, yoki glitserin va fenolftalein reaksiyasi bilan amalga oshiriladi.

10. Yodid ionlarini kasrli aniqlash – o‘rganilayotgan eritmada kuchli oksidlovchilar va nitrat ionlari bo‘lmagandagina amalga oshiriladi. O‘rganilayotgan eritmaning bir nechta tomchisiga kislotali reaksiyagacha sirka kislotasi, ozroq benzol va quruq natriy yoki kaliy nitriti qo‘shiladi. Probirkani chayqatiladi. Benzolli qatlamning binafsha rangi eritmada yodid ionlarning mavjudligidan dalolat beradi.

11. Nitrat ionlarini kasrli aniqlashning birinchi usuli. Agar avvalgi tekshiruvlarda nitrit ionlar aniqlangan bo‘lsa, unda ularni analiz qilinayotgan namunadan yo‘qotish talab etiladi. Buning uchun eritmaning 10 tomchisiga 5 tomchi KJ va kislotali reaksiyagacha sirka kislotasi qo‘shiladi va olingan aralashmani farforli kosachada bug‘latiladi. Ushbu eritmaga yoki 10 tomchi dastlabki

eritmaga 2N natriy gidroksid va ozroq Devard qotishmasi qoʻshiladi va uni qoʻngʻir rangli gaz hosil boʻlguncha suv hammomida qizdiriladi. Hidi orqali yoki indikatorli qogʻoz orqali aniqlanuvchi ammiakning ajralishi unda nitrat ionlarning mavjudligidan dalolat beradi. Agarda, oʻrganilayotgan eritmada kuchli oksidlovchilar boʻlsa, unda nitrat ionlarning mavjudligini aniqlovchi tekshiruvni koʻp vaqt mobaynida oʻtkazish kerak boʻladi, modomiki nitrat ionlarning qaytarilishi faqatgina kuchli oksidlovchilarning qaytarilishidan keyingina boshlanadi.

12. Nitrat ionlarni kasrli aniqlashning ikkinchi usuli. Ushbu usulni oʻrganilayotgan eritmada kuchli qaytaruvchilarning ishtirokisiz amalga oshiriladi. Agarda, bungacha nitrat ionlar aniqlangan boʻlsa, unda ularni analiz qilinayotgan namunadan toʻliq yoʻqotish kerak boʻladi: 8–10 tomchi oʻrganilayotgan eritmaga quruq karbamid qoʻshiladi. Keyin birinchi probirka ichidagini tomchilab ikkinchisiga oʻtkaziladi. Olingan aralashgan eritmani 5 daqiqa tinch holatda qoʻyib qoʻyiladi, shundan soʻng, unga teng hajmli natriy atsetati va maydalangan rux metali qoʻshiladi, soʻngra uni suv hammomida qizdiriladi. Eritmani sovutgunga qadar unga 2 tomchidan sulfanil kislotasi va alfanafilamin qoʻshiladi. Bunda qizil rangning paydo boʻlishi oʻrganilayotgan eritmada nitrat ionlarning mavjudligidan dalolat beradi.

Sistematik analiz usuli yordamida baʼzi bir anionlarni aniqlash

13. Sulfit - va sulfat ionlarini aniqlash. Agarda, avvalgi tajribalarda tiosulfat kislotaning anionlari aniqlangan boʻlsa, unda sulfit yoki sulfat ionlarning mavjudligi toʻgʻrisidagi savolni yechish uchun ushbu ionlarni yaxshilab ajratish kerak boʻladi. Buning uchun 15 yoki 20 tomchi oʻrganilayotgan eritmaga tomchilab 2N natriy gidroksidi yoki pH=8–9 gacha sirka kislotasi qoʻshiladi. Eritmani suv hammomida qizdiriladi va undan sulfat va sulfit ionlarni stronsiy nitrat toʻyingan eritmasining minimal miqdori bilan choʻktiriladi (choʻkishning toʻliqligini aniqlash). Modomiki, stronsiy tiosulfati yetarlicha yaxshi erir ekan, uning

ionlari bunda eritmada qoladi. Choʻkmani sentrifugalash yordamida eritmadan ajratiladi va 2–3 marta unga bir nechta tomchi stronsiy nitratin qoʻshib issiq suv bilan yuviladi. Yuvilgan choʻkmaning bir qismini bir nechta tomchi HCl qoʻshiladi. Shundan soʻng oʻrganilayotgan anionlarning mavjudligi yoki mavjud emasligi toʻgʻrisida xulosa chiqariladi. Sulfit ionlarni aniqlash uchun choʻkmaning ikkinchi qismini gazli uskunaning katta probirkasiga oʻtkaziladi, kichkina probirkasiga esa yod yoki KMnO_4 ning suyuldirilgan eritmasi solinadi, katta probirkaga 2–3 tomchi HCl qoʻshiladi. Unga kichkina probirka tez oʻrnatiladi. Oltinugurtli gazning hosil boʻlish reaksiyasini tezlashtirish uchun katta probirkani suv hammomida qizdiriladi. KMnO_4 yoki yod eritmalarining rangsizlanishi oʻrganilayotgan eritmada sulfit ionlar mavjudligidan dalolat beradi. Oʻrganilayotgan eritmada arsenit ionlarning mavjud emasligida sulfit ionlarni oddiy usul bilan aniqlash mumkin: choʻkmaning bir qismiga 2 tomchi HCl va 1 tomchi yod eritmasidan qoʻshiladi. Yodning rangsizlanishi sulfit ionlarning mavjudligidan darak beradi (arsenit ionlarni yod eritmasini rangsizlantirishi uchun aralastiriladi).

14. Fosfat, mishyak va mishyakli kislotalar anionlarini aniqlash. Eritmaning kichik miqdoriga bir nechta tomchi ammoniy xlorid va shuncha tomchi ammiak qoʻshiladi ($\text{pH}=9$). Keyin 6–10 tomchi magniy xlorid qoʻshiladi va eritmani shisha tayoqcha yordamida aralastiriladi. Agarda, eritmada fosfat ionlar boʻlsa, oq choʻkma tushadi, uni sentrifugalash yordamida ajratiladi va 2 marta bir nechta tomchi ammiakni qoʻshish bilan suv yordamida yuviladi. Sentrifugalashni arsenit ionlarni aniqlash uchun qoʻllashadi. Yuvilgan choʻkmani bir nechta tomchi sirka kislotada eritiladi, eritmaning alohida qismlarida fosfat va arsenat ionlari paydo boʻladi. Birinchi porsiyaga teng hajmli konsentrlangan HCl, 1 tomchi KJ va ozroq benzol qoʻshiladi. Eritmani erituvchining oʻziga xos rangi paydo boʻlmagunga qadar chayqatiladi. Fosfat ionlarni aniqlash uchun unda arsenat ionlari bor yoki yoʻqligidan qatʼiy nazar turlicha yoʻl tutiladi. Agar bunda arsenit ionlar boʻlmasa, unda PO_4^{3-} ni molibden suyugʻligi yordamida aniqlanadi. Agarda, arsenat ionlar aniqlangan boʻlsa, unda PO_4^{3-} aniqlanishi ammoniy benzdini va

molibdati bilan tomchili reaksiya yordamida bajariladi. Arsenit ionlarni aniqlash sentrifugatda sodir bo‘ladi. Ushbu sentrifugatning bir nechta tomchilariga teng hajmli 2N HCl qo‘shiladi, uni suv hammomida qizdiriladi va vodorod sulfid eritmasi bilan barbatirlanadi. Bunda sariq cho‘kmaning tushishi arsenit ionlarning mavjudligidan darak beradi.

15. Birinchi guruh anionlarini ikkinchi va uchinchi guruh anionlaridan ajratish. 15–20 tomchi o‘rganilyotgan eritmaga teng hajmli bariy nitrat qo‘shiladi, aralashtiriladi, cho‘kmaning to‘liq tushganligini tekshiriladi va bir soatga cho‘kma tushishi uchun qoldiriladi. Cho‘kma tushishidan oldin muhitning kislotaliligini tekshirish lozim va zarur holatda eritmaning pH ini 8–9 gacha ko‘tarish kerak. Birinchi guruh anioni bo‘lmish, tushgan bariyli tuzlar cho‘kmasini eritmadan sentrifugalash orqali ajratiladi, sentrifugatni esa unda ikkinchi guruh anionlarini va atsetat ionlarni aniqlash uchun qo‘llanadi.

16. Ikkinchi guruh anionlarini aniqlash. Sentrifugatning bir nechta tomchisiga to‘liq cho‘kkunga qadar kumush nitrat qo‘shiladi. Cho‘kmani eritmadan sentrifugalash yordamida ajratiladi va uni ikki marta issiq suv bilan yuviladi. Sentrifugatni unda atsetat ionlarni aniqlash uchun saqlab qolinadi. Sentrifugatli probirkadagi yuvilgan cho‘kmaga teng hajmli tayyorlangan ammoniy karbonat eritmasidan qo‘shiladi va uni cho‘kma bilan yaxshilab aralashtiriladi. Bunda, eritmaga faqatgina kumush xloridi o‘tadi, ushbu holatda kumush bromidi va yodidi cho‘kmada qoladi. Eritmadagi cho‘kmadan ajratiladi va unga bir nechta tomchi KJ qo‘shiladi va aralashtiriladi. Eritmaning loyqalanishi yoki cho‘kmaning tushishi o‘rganilyotgan eritmada xlor anionlarining mavjudligidan dalolat beradi. Sentrifugatdagi probirkasida qolgan cho‘kmaga bir nechta tomchi 2N li sulfat kislotasi va ozroq kukunsimon rux yoki Devard qotishmasidan qo‘shiladi. Cho‘kmali probirkani 5 daqiqa davomida suv hammomida qizdiriladi, shundan so‘ng eritmani sentrifugalash yordamida cho‘kmadan ajratiladi, keyin cho‘kmani tashlab yuboriladi, sentrifugatda esa xlorli suv bilan brom va yod anionlari aniqlanadi.

16 punkt asosida olingan sentrifugatda murakkab efirming hosil bo‘lish reaksiyasi bilan atsetat ionlar aniqlanadi. Buning uchun sentrifugatni farforli kosachada quruq holga kelgunga qadar bug‘latiladi, quruq qoldiqqa 5–7 tomchi konsentrlangan sulfat kislotasi va 10 tomchi etil spirti qo‘shiladi, olingan aralashmani 2–3 daqiqa mobaynida shisha tayoqcha bilan aralashtiriladi, shundan so‘ng chashkaga sovuq suv solinadi. Etilatsetatning yoqimli hidining paydo bo‘lishi o‘rganilayotgan eritmada atsetat ionlarning mavjudligidan dalolat beradi.

Nazorat ishi №3.

“Quruq tuzlar” aralashmasi analizi

1. Daslabki tekshiruvlar

- Tuzlar aralashmasining bir turda yoki bir turda emasligini tekshirish, tarkibiy qismlarning rangi (barcha aralashmani, agar u bir turda bo‘lsa albatta). Agarda aralashma oq rangda bo‘lsa, unda rangli kationlar yoki anionlarning tuzlari bo‘lmaydi (Fe, Mn, Ni, Co, Cu, Cr, CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ionlari bo‘lmaydi). Ko‘k yoki yashil rang mis yoki nikel ionlarining yoki ikkalasiniyam mavjudligini bildiradi. Qizil yoki qizg‘ish rang kobalt yoki marganes kationlari aralashmasi yoki ikkalasiniyam aralashmalari mavjudligini bildiradi, sariq yoki sarg‘ish-qizil rang xromat yoki bixromat ionlarning va Fe^{3+} mavjudligini bildiradi.

- Kichkina tigelga yoki kichik farfor bo‘lagiga joylash-tirilgan quruq aralashmaning gaz gorelkasining rangsiz olovida qizdirish. Bunday qizdirishda tuzning qisman yoki to‘liq uchib ketishi unda ammoniy yoki simob tuzlarining aralashmasi mavjudligidan dalolat beradi. Bunda hosil bo‘luvchi metall oksidlarining rangiga qarab ko‘plab xulosalar chiqarish mumkin. Agarda, oksidlar oq rangda bo‘lsa, unda aralashmada oksidlari bo‘yalgan elementlar mavjud emas (temir, mis, nikel, marganes, kobalt, qo‘rg‘oshin). Agarda, issiq holatda rang sariq bo‘lsa, sovutilganda esa rang yo‘qolsa, unda rux ionlari mavjud deb hisoblash mumkin. Oksidlarning qora rangi quyidagi kationlarning aralashmada mavjudligidan darak beradi: mis(II), nikel(II), kobalt(II). To‘q-qo‘ng‘ir rang aralashmada marganes, temir,

vismut kationlarining mavjudligidan yoki qo'ng'ir-sariq rang unda qo'rg'oshin yoki kadmiy kationlarining mavjudligidan dalolat beradi.

- Alikvotga 2N sulfat kislotaning ta'siri. Tigelga (yoki kosachaga) ozroq tuzlar aralashmasidan olib, unga bir nechta tomchi 2N sulfat kislotadan qo'shiladi. Agarda, bunda hech qanday o'zgarish sodir bo'lmasa, unda aralashma salgina qizdiriladi. Hech qanday rangga va hidga ega bo'lmagan gazning ajralishi aralashmada karbonat ionlarning mavjudligidan dalolat beradi. Sulfat angidridining o'tkir hidiga ega gazning ajralib chiqishi aralashmada tiosulfat yoki sulfit ionlarning mavjudligidan darak beradi. Nitrat kislotaning o'tkir hidiga ega qo'ng'ir gazning ajralib chiqishi aralashmada nitrit ionlarning mavjudligidan darak beradi. Sirkaning hidi atsetat ionlarning mavjudligiga ishora qiladi. Agarda ushbu tekshiruvda sulfit yoki tiosulfat ionlarning ishtiroki aniqlansa, unda shunday xulosaga kelish kerakki, aralashmada hech qanday kuchli oksidlovchilar mavjud emas (arsenat-, xromat-, nitrit-anionlar, kationlardan temir (III) ioni dioksid marganes). Agarda nitrit kislotaning ionlari aniqlangan bo'lsa, unda aralashmada kuchli qaytaruvchilar mavjud emas (tiosulfat-, sulfit-, iodid- i arsenit-ionlar).

- Aralashmaning ushbu namunasiga konsentrlangan sulfat kislotaning ta'siri, u 2N sulfat kislota ta'siri uchragan. Avvalgi namunaga 2–3 tomchi konsentrlangan sulfat kislota qo'shiladi. Bunda oltingugurt gazi hidining paydo bo'lishi (avvalgi tekshiruvdan bunday gaz ajralib chiqmagan) aralashmada kuchli qaytaruvchilar mavjudligidan darak beradi (yod-, brom-, arsenit-ionlar). Ular konsentrlangan sulfat kislotani qaytarish hususiyatiga egadirlar. Binafsha bug'larning ajralib chiqishi aralashmada yod ionlarining mavjudligidan, qo'ng'ir bug'larning ajralib chiqishi esa – brom ionlarining mavjudligidan darak beradi.

- Xuddi o'sha namunaga ozroq quritilgan kalsiy fluorid qo'shiladi, shisha tayoqcha bilan aralastiriladi va shisha tayoqchanning oxirida hosil bo'lgan pastani gaz gorelkasining rangsiz olovi oldiga yaqinlashtiriladi, uni olovga qo'yish kerak emas. Olov atrofining yashil rangga bo'yalishi aralashmada bor kislotaning tuzlari mavjudligidan dalolat beradi.

- Gorelka oloviga o'rganilayotgan tuzlar aralashmasini qo'yilgandagi namunaning bo'yalishi. Nixrom simining yakunidagi sirtmoqchani qizdiriladi va unga tuzlar aralashmasini tekkiziladi. Sirtmoqqa aralashmani yopishtirilgandan keyingi rangning jigarrang-qizil rangga o'tishi aralashmada kalsiy ionlar mavjudligidan, malina rangiga o'tishi – stronsiy, yashil rangga o'tishi – bariy, mis va borat ionlar kationlarining mavjudligidan dalolat beradi.

2. Analiz qilinuvchi tuzlarni eritmaga o'tkazish.

- O'rganilayotgan aralashmani kichik porsiyalarini suvda eruvchanlik tekshiruviga o'tkazish kerak va bunda ularni suyultirilgan xlorid kislotasiga erituvchi sifatida joylashtirish kerak, unda o'rganilayotgan aralashma to'liq erigani tanlanadi. Agarda aralashma bo'yalsa, vodorod xlorid kislotasida to'liq erimasa, unda uni issiq suyultirilgan nitrat kislotada eruvchanligi tekshiriladi va agar natija manfiy bo'lsa, unda aralashmada konsentrlangan HCl va nitrat kislotalar 3:1 nisbatda bo'ladi (shoh arog'i). Agarda, HCl da erigan cho'kma oq rangda bo'lsa, unda nitrat kislotada va HCl va HNO₃ aralashmasida eruvchanlikni tekshirish shart emas.

- Tuzlarning quruq aralashmasidan analiz qilinuvchi eritmani tayyorlash uchun u to'liq eriydigan erituvchi tanlanadi (yaxshisi suv yoki kuchsiz kislotalangan suv HCl bilan). Agarda o'rganilayotgan tuzlar aralashmasi 2N HCl da to'liq erimasa, yoki qolgan cho'kma oq rangda bo'lsa, unda erimagan cho'kmaga cho'kma to'liq tushgunga qadar suyultirilgan sulfat kislota qo'shiladi. Kationlarning 2 va 6 guruhleri vakillari bo'lmish sulfatlar va xloridlardan tarkib topgan cho'kmani sentrifugulash yordamida ajratiladi va alohida analiz qilinadi (2 va 6 guruh aralashmalari analizi sxemasi bo'yicha) (Bunda avvaldan eritmaga 5–8 tomchi 2N sulfat kislota qo'shish talab etiladi).

- Analiz qilinuvchi eritmani tayyorlash uchun 20 ml erituvchiga 0,5 g aralashma olish kerak bo'ladi. Olingan eritmani ikki qismga bo'linadi: birinchisida kationlar, ikkinchisida esa anionlar aniqlanadi.

3. Olingan eritma bilan dastlabki tadqiqotlar.

- Olingan eritmaning kichik miqdori bilan (5–10 tomchi) unga kichik miqdorda ammiak ta'sir ettirib tajribalar o'tkazish kerak. Bunda tushuvchi gidroksidlar rangi bo'yicha va eritmaning rangi bo'yicha o'rganilayotgan namunaning tarkibiga asoslanib ko'plab xulosalar chiqarish mumkin: agarda tushuvchi cho'kma oq rangda bo'lsa, unda eritmada kationlar bo'lmaydi (temir, mis, kobalt, nikel). Agarda birinchi tushgan cho'kma oq bo'lsa, so'ngra sekin asta to'qlashsa, unda bu marganes ionlarining mavjudligidan dalolat beradi. Agarda qolgan ammiak ta'siridan tushgan cho'kma to'liq erib ketsa, unda bu eritmada gidroksidlari ammiak qoldig'ida erimaydigan kationlarning mavjud emasligidan dalolat beradi.

4. Kationlarni kasrli aniqlash.

- O'rganilayotgan eritmaning alohida porsiyalarida kasrli usul yordamida I, II, III, IV, V va VI guruhlar aralashmasi analizida qo'llanilgan usullarga tayanib ammoniy, temir (II) va (III), marganes, kobalt, nikel, xrom kationlari aniqlanadi. Bundan tashqari, kasrli usul bilan kalsiy, magniy, natriy va kaliy kationlari ham aniqlanadi. Kalsiy va magniy ionlarini aniqlash uchun 15–20 tomchi o'rganilayotgan eritmaga tomchilab $\text{pH}=9$ gacha ammiak qo'shiladi, kukunsimon rux kiritiladi, suv hammomida qizdiriladi, aralastiriladi va so'ngra cho'kmani sentrifugalash yordamida eritmadan ajratiladi.

- Buning natijasida barcha kationlar, ishqoriy va ishqoriy yer metallarini hisobga olmaganda albatta, shuningdek ammoniy ham gidroksidlar yoki erkin metallar ko'rinishida cho'kmaga o'tadi (rux ishqoriy muhitda mis, kumush, vismut, qalay, simob kationlarini erkin holatgacha qaytaradi). Cho'kmani tashlab yuboriladi, sentrifugatni unda kalsiy va magniy ionlarini aniqlash uchun qo'llashadi. Buning uchun eritmaga ammoniy oksalat qo'shiladi, bunda oq rangdagi cho'kmaning tushishi kalsiy kationlarining mavjudligidan dalolat beradi. So'ngra kalsiyning to'liq cho'kishiga erishiladi, cho'kma ajratiladi va eritmada ammiak va natriy gidrofosfat bilan reaksiya orqali magniy aniqlanadi.

- Kaliy ionlarini kasrli aniqlash uchun tigelga 25–30 tomchi oʻrganilayotgan eritmadan va 15 tomchi 2N natriy kabonatidan quyiladi. Eritmani tushgan choʻkma bilan qaynatiladi. Qaynatishning ammoniyning toʻliq yoʻq boʻlmaguniga qadar oʻtkaziladi. Eritmani choʻkmadan ajratiladi, eritmani pH=5 gacha sirka kislotasi bilan oksidlanadi va 1,5–2,0 ml gacha bugʻlatiladi. Shundan soʻng unda kaliy kationlari yangi tayyorlangan natriy geksakobaltonitrit eritmasi reaksiyasi orqali aniqlanadi.

- Natriy ionlarining kasrli aniqlanishi huddi shunday usulda aniqlanadi, bunda natriy karbonati eritmasi oʻrniga kaliy karbonati qoʻllanadi, natriy geksakobaltonitrit oʻrniga rux uranil atsetatidan foydalaniladi.

- Alohida porsiyalarda 5–10 tomchi olingan eritmani №1 va №2 nazorat ishlarida keltirilganidek metall kationlarini aniqlash analizini oʻtkaziladi.

5. Kationlarning analitik namunalarini analizining sistematik yoʻnalishi

Barcha kasrli aniqlashlarni bajarib boʻlgandan keyin №1 va №2 nazorat ishlarida keltirilganidek metall kationlarini oʻrganilayotgan aralashmadan sistematik analiz qilishni amalga oshirishga oʻtiladi.

6. Analiz qilinuvchi aralashmalarda anionlarni aniqlash.

Tuzlar aralashmasining oʻtkazilgan tekshiruvlarning natijalariga asosan va kationlarni aniqlash natijalariga koʻra qanday anionlar aniqlandi va qanday oldindan maʼlum natijalar ushbu aralashmada ishtirok etmasligi mumkinligi toʻgʻrisida hulosasi chiqariladi. Keyin anionlarni analiz qilish uchun sodali ekstrakt eritmasi tayyorlanadi. Ushbu eritmada oʻrganilayotgan kationlar sifatida faqatgina kaliy, natriy va soda qoldiqlari qoʻllanadi. Quruq tuzlar aralashmasidan sodali ekstraktni tayyorlash metodikasi Alekseyev, Kreshkov, Klyachko, Lyalikov, Alimarinlarning turli darsliklaridan keltirilgan. Olingan ekstraktni yaxshilab sirka kislotasi bilan kuchsiz ishqoriy reaksiyagacha neytrallanadi va xulosalar chiqariladi. Analiz oddiy sxema boʻyicha olib boriladi.

7. ANALITIK QO‘LLASH

Qoidaga ko‘ra, sanoat obyektlarining va tabiiy materiallarning sifat analizini ikkita bosqichda olib borish maqsadga muvofiq bo‘ladi. Dastlab, avvalgi tekishruvlar o‘tkaziladi, keyin esa kationlar va anionlarning sistematik analizi o‘tkaziladi. O‘rganilayotgan obyektning bunday analizi butun bir sifat tadqiqotining yakuniy bosqichi hisoblanadi, shuning uchun ham unga alohida e‘tibor qaratish lozim.

Sistematik analizning alohida operatsiyalarini o‘tkazishda o‘tkazilayotgan reaksiyalarga e‘tiborli bo‘lish va olingan natijalarni yaxshilab analiz qilish darkor, bu o‘z navbatida analizning yo‘lini osonlashtirish imkoni beradi, kerak bo‘lmagan operatsiyalardan saqlaydi va kerakli xulosalarni chiqarish imkonini beradi. Analiz qilinuvchi materiallarning tashqi xarakteristikalariga e‘tiborsiz bo‘lish tavsiya etilmaydi. Agarda analiz qiluvchi eritma rangsiz bo‘lsa, unda katta miqdorda mis ionlarining konsentratsiyalari bo‘lmaydi, lekin 10^{-3} - $10^{-5}M$ lar ishtirok etishi mumkin va ushbu holatda rang kuchsiz namoyon bo‘ladi. Agarda, xlorid kislotasi qo‘shilganda eritmadan gaz pufakchalari ajralmasa, bu karbonatlar va sulfidlarning ahamiyatli miqdori yo‘qligidan dalolat beradi, lekin ularning mikrokonstratsiyalari bo‘lishi mumkin. Shuni oldindan aytish mumkinki, eritmaning rangi quyidagi ionlarning mavjudligini bildiradi: yashil – xrom, vanadiy, uran va nikel tuzlari; pushti – kabalt; sariq – temir, xromat; qovoqrang – bixromat; binafsha – vanadiy va permanganat. Ko‘rinib turibdiki, ko‘plab ionlar bir xil rangni namoyon etmoqda, bu o‘z navbatida sifat analizini chegaralaydi va uni faqatgina individual tuzlar va eritmalar uchun qo‘llanuvchi qiladi.

NAZORAT SAVOLLARI

1. -s, -p, -d –kationlaridan birini eritmada qanday aniqlash mumkin?
2. a) kuchli kislotali muhitda, b) ishqoriy muhitda, c) neytral muhitda qanday anionlar eritmada bo‘lishi mumkin?
3. Quruq tuz aralashmasini eritmaga o‘tkazishda qaysi kislotalar qanday tartibda sinab ko‘riladi?

4. Agar quruq tuz aralashmasi H_2SO_4 yoki HCl kislotalarida erigan bo'lsa, u holda qanday kationlar bo'lmashligi mumkin?

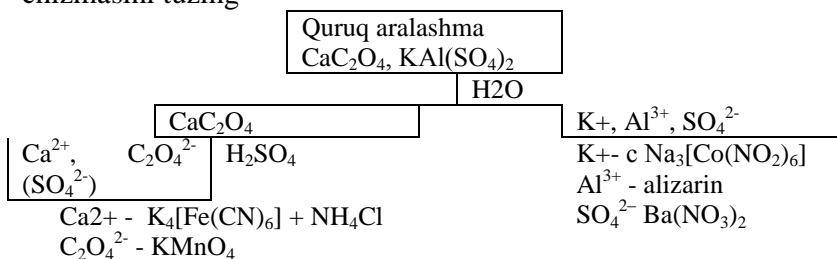
5. Sodali so'rim nima?

6. Agar quruq tuz aralashmasi faqat HCl kislotalada erisa, birinchi guruh kationlari aralashmada ishtirok etishi mumkinmi?

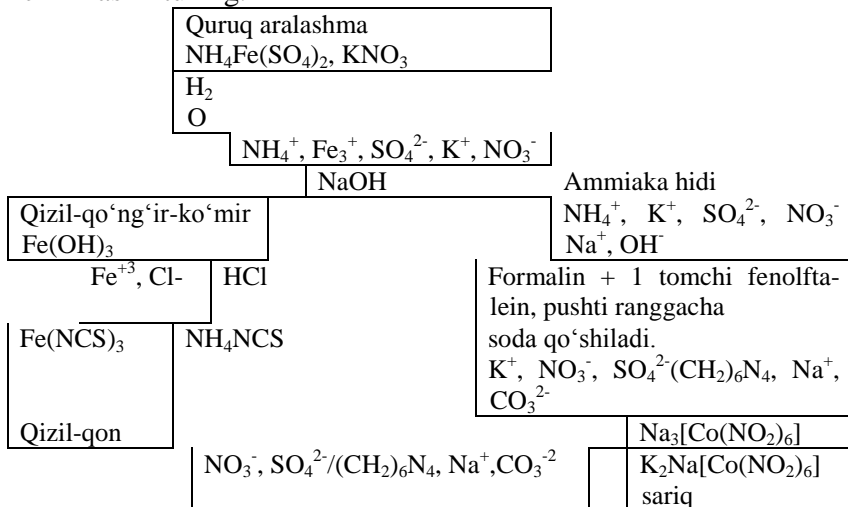
VAZIYATLI MASALALAR

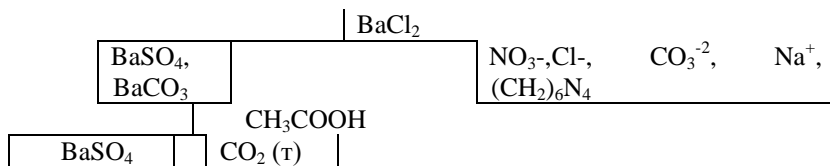
Noma'lum tarkibli quruq tuz aralashmasidan kation va anionlarni ajratish va aniqlashda tahlil chizmasi uchun misollar

Misol 1. Tuzlar aralashmasini ajratish va aniqlashda, ularning chizmasini tuzing



Misol 2. Temirammoniyli achchiqtosh va kaliy nitratdan iborat bo'lgan quruq tuz aralashmasini ajratish va aniqlashda ularning chizmasini tuzing.





Mustaqil tayyorlanish uchun misollar

Quyidagi berilgan noma'lum tarkibli quruq tuz aralashmasini ajratish va aniqlashda tahlil chizmasini tuzing hamda ularga mos reaksiya tenglamalarini yozing.

1. Kaliy karbonat va ammoniy oqsalat.
2. Marganes (II) sulfid va natriy xlorid.
3. Xrom (III) fosfat va nikel (II) atsetat.
4. Kobalt (II) yodid va temir (III) xlorid.
5. Mis (II) sulfid va qo'rg'oshin nitrat.
6. Magniy tetraborat va marganes (II) sulfat.
7. Kadmiy bromid va simob (II) atsetat.
8. Qo'rg'oshin karbonat va bariy fosfat.
9. Temir (II) sulfat va bariy nitrat.
10. Kumush nitrat va natriy xlorid.

Kislota-asosli usul bo'yicha test savollari

1. Nessler reaktivi formulasini ko'rsating
 A. K₃[FeF₆] B. K₂[HgJ₄] C. K₂[PbJ₄] D. K[Sb(OH)₆]
 E. Na₃[Co(NO₂)₆]

2. Analitik reaksiya belgilarini ko'rsating
 1. issiqlik ajralish
 2. cho'kma hosil bo'lish
 3. issiqlik yutilishi
 4. gaz ajralishi
 5. rang o'zgarishi
 6. sovutish
 A. 1,2 B. 1,3,4 C. 2,3,4 D. 2,4,5 E. 4,5,6

3. Tuzning suvdagi eritmasi rangsiz bo‘lib, u ikki qismga bo‘linadi. Birinchi qismiga sirka kislotali sharoitda ruh uranil atsetat ta’sir ettirilganda sariq kristall cho‘kma hosil bo‘ldi. Tuz eritmasiga kislota qo‘shilganda hidsiz, rangsiz gaz hosil bo‘lib, gazning ohakli suvga ta’siri natijasida ohakli suv loyqalanadi. Tuz formulasini ko‘rsating.

- A. $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ B. $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ C. Na_2CO_3 D. CuCl_2
E. $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2$

4. 2 guruh anionlarini ko‘rsating

1. Tetraborat 2. xlorid 3. Bromid 4. Sulfat 5. Sulfid

A) 1,2,3 V) 2,3,4 S) 3,4,5 D) 2,3,5 E) 1,3,5

5. Kumush ioni bilan cho‘kma hosil qiluvchi reagentlarni ko‘rsating?

1. Ishqor 2. xlorid kislota
3. Kaliy xromat 4. Sulfat kislota
5. Osh tuzi eritmasi 6. Kaliy iodid eritmasi
7. Ammiak

A. 1,2,3,4,7 B. 1,3,4,5,6,7 C. 1,2,3,5,6,4

D. 2,3,5,6 E. 4,3,5,6,2

6. Natriy ioni uchun maxsus reaksiyasini ko‘rsating?

A. Sirka kislota ishtirokida rux uranil atsetat bilan sariq kristall cho‘kmani hosil bo‘lishi

B. Nessler reaktivi bilan qizil qo‘ng‘ir cho‘kma hosil bo‘lishi

C. Geksanitrokobaltat natriy bilan sariq cho‘kma hosil bo‘lishi

D. Suvda erimaydigan sulfatlar hosil bo‘lishi

E. Suv, ishqor hosil bo‘lishi

7. $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ uchun K_S ifodasi

A. $[\text{Ca}^{2+}]^3 \cdot [\text{PO}_4^{3-}]^2$, B. $[\text{Ca}^{2+}]^3 \cdot [\text{PO}_4^{3-}]^2$

C. $[\text{Ca}^{2+}] : [\text{PO}_4^{3-}]^3$, D. $[\text{Ca}^{2+}] + [\text{PO}_4^{3-}]$

E. $[\text{Ca}^{2+}]^3 + [\text{PO}_4^{3-}]$

8. NH_4^+ ni yo‘qotish reaksiyasini ko‘rsating

1. Ishqor bilan
 2. Qizdirish bilan
 3. Nessler reaktivi reaksiyasi bilan
 4. Formalin qo‘shish bilan
 5. Simob (1) tuzi bilan
- A. 1,2 B. 3,4 C. 2,4 D. 4,5 E. 1,5

9. Cl_2 va I^- lar orasidagi oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarning yo‘nalishini aniqlang, agarda $E_{\text{YU.K}} = 0,81 \text{ V}$ bo‘lsa.

- A. Cl_2 va I^- lar orasidan reaksiya borib, Cl^- va I_2 lar hosil bo‘ladi
- B. I_2 va Cl_2 lar orasida reaksiya borib, Cl^- va I_2 hosil bo‘ladi
- C. Reaksiya bormaydi, sababi $E_{\text{YU.K.}} > 0$
- D. I^- va Cl^- orasida reaksiya borib, Cl_2 va I_2 lar hosil bo‘ladi
- E. Reaksiya bormaydi, sababi $E_{\text{YU.K.}} < 1$

10. Tuzning suvdagi eritmasi rangsiz bo‘lib, u ikki qismga bo‘lindi. Birinchi qismidan filtr qog‘oziga 1 tomchi olib, ustiga kuchsiz ishqoriy sharoitda alizarin eritmasidan 1 tomchi qo‘shilganda qizil rangli dog‘ hosil bo‘ldi. Ikkinchi qismiga AgNO_3 ta‘sir ettirilganda, NH_3 eritmasida yaxshi eriydigan oq cho‘kma hosil bo‘lgan. Tuz tarkibi qanday?

- A. AlCl_3 B. MgSO_4 C. NH_4NO_3 D. Na_2CO_3 E. $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$

11. Elektrolit eritmasini ion kuchi qaysi formulada hisoblanadi?

- A. $J_c = 1/2 \sum C_i Z_i$ C. $J_c = 1/2 C_i Z_i$ E. $J_c = \sum C_i Z_i^2$
- B. $J_c = 1/2 \sum C_i Z_i^2$ D. $J_c = 1/2 C_i Z_i^2$

12. Aniqlanuvchi shakl fosfor elementi uchun tortiluvchi shaklni ko‘rsating.

- A. PO_4^{3-} B. $\text{Ba}(\text{PO}_4)_2$ C. $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ D. MgNH_4PO_4 E. H_3PO_4

13. Kaliy va ammoniy bilan bir xil analitik samara beruvchi reagentni ko‘rsating

- A. $\text{K}_2[\text{HgJ}_4]$ B. $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ C. $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$
- D. $\text{Na}_2[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ E. $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$

14. Analitik tarozida tortish aniqligini ko'rsating

A. 0,002gr B. 0,001gr C. 0,0002gr D. 3,0 gr E. 0,1 gr

15. Qo'rg'oshin xlorid cho'kmasiga distillangan suv qo'shilganda va isitilganda qanday o'zgarish sodir bo'ladi?

A. Cho'kma kompleks birikma hosil bo'lish hisobiga erib ketadi.

B. Cho'kma o'zgarishsiz qoladi.

C. Cho'kma erib, qo'rg'oshin eritmaga o'tadi.

D. Cho'kma qisman eriydi.

E. Cho'kma sarg'ayadi.

16. Ochish minimumi ma'nosi nima?

A. Analitik samara kuzatilishi uchun yetarli bo'lgan suyultirilgan eritmaning minimal hajmi

B. Ionni ochish imkoni bo'lgan eritmaning eng kichik konsentratsiyasi

C. Ochilishi uchun yetarli bo'lgan modda yoki ionni minimal miqdori

D. Ochilishi uchun yetarli bo'lgan modda yoki ionning minimal massasi, mkg

E. Ion yoki moddani ochish uchun kifoya etgan reagentning minimal massasi

17. Oq rangli tuzning suvdagi eritmasiga ishqor qo'shilganda gaz hosil bo'lgan. Ajralib chiqayotgan gaz fenofalein bilan qo'llangan qog'ozni qizil rangga kiritgan. Tuz eritmasining ikkinchi qismiga difenilamin ta'sir ettirilganda ko'k eritma hosil bo'lgan. Tuz tarkibini ko'rsating.

A. AlCl_3

B. MgSO_4

C. NH_4NO_3

D. Na_2CO_3

E. $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$

18. Gravimetrik tahlil qay tartibda o'tkaziladi?

1. Namuna tortiladi

2. Cho'kmani filtrlash orqali ajratib olinadi.

3. Cho'kmani quritiladi, kuydiriladi va tortiladi.

4. O'rtacha namuna olinadi.

5. Natijani hisoblab chiqiladi

6. Tortimni eritiladi va aniqlovchi modda cho'ktiriladi.

7. Cho'kma yuviladi

A. 4,1,6,2,7,3,5

B. 3,5,4,6,7,1,2

C. 5,4,3,7,6,1,2

D. 7,1,4,5,3,6,2

E. 2,7,5,6,4,1,3

19. "Tenar ko'ki" tarkibini ko'rsating?

A. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$

B. $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$

C. $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2$

D. CoZnO_2

E. ZnO

20. Rangsiz eritma ikki qismga bo'lindi. Birinchi qismdan filtr qog'ozida alizarin bilan kuchsiz ishqoriy muhitdagi reaksiyasi natijasida qizil dog' hosil bo'ldi. Ikkinchi qismidan 1 tomchi buyum oynachasiga olinib, FeSO_4 quruq tuzi hamda konsentrik H_2SO_4 qo'shilganda, qo'ng'ir halqa hosil bo'ldi. Tuz tarkibi qanday.

A. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$

B. $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$

C. $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

D. $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$

E. CaCl_2

II BOB

MIQDORIY ANALIZ

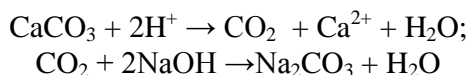
2.1. Bo‘lim. Gravimetrik analiz metodi

Gravimetrik analiz metodi tekshirilayotgan modda yoki uning tarkibiy qismlarini kimyoviy toza holda yoki muayyan birikmalar holida ajratib, ajratilgan moddaning massasini aniq o‘lchashga asoslangan. Gravimetrik analiz: ajratish, haydash, va cho‘ktirish usullariga bo‘linadi. Barcha gravimetrik metodlar bevosita va bilvosita tartibda bajariladi.

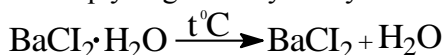
Ajratish usullari aniqlanuvchi tarkibiy qismni erkin holda miqdoriy jihatdan to‘liq ajratib, uning massasini o‘lchashga asoslangan. Masalan, qotishmadagi oltinni aniqlash talab etilsa, dastavval qotishma zar suvida eritiladi, so‘ngra eritmadagi oltin biror qaytaruvchi ta’sirida qaytariladi, natijada erkin holda ajratilgan oltin cho‘kadi. Cho‘kma filtrlanib, suyultirilgan HCl eritmasi bilan yuvilgandan so‘ng quritib olinadi va uning massasi o‘lchanadi.

Haydash usullarida aniqlanadigan tarkibiy qism biror uchuvchan holatdagi moddaga aylantirib haydaladi. Haydash uchun yuqori harorat yoki kimyoviy ta’sirdan foydalanish mumkin. Haydash usullari bevosita va bilvosita usullariga bo‘linadi. Bevosita usullarda aniqlanuvchi tarkibiy qism biror kimyoviy yutuvchida yuttiriladi va uning massasi tarozida bevosita tortiladi. Buning uchun kimyoviy yutuvchining aniqlanuvchi moddani yutirishdan oldingi va keyingi massalari o‘lchanadi, so‘ngra massalar farqidan aniqlanadigan moddaning miqdori aniqlanadi.

Masalan, kalsiy karbonat (ohaktosh, bo‘r) tarkibidagi CO_2 yoki uglerodning miqdori aniqlanayotgan bo‘lsa, avval yuttiruvchi sifatida olingan NaOH eritmasining massasi o‘lchanadi. So‘ng unda tekshirilayotgan kalsiy karbonatga kuchli kislotaga ta’sir ettirilganda ajralgan CO_2 yuttiriladi. Yuttirish tugagandan so‘ng hosil bo‘lgan mahsulot bilan birgalikda ishqor eritmasining massasi yana o‘lchanadi va massalar farqidan CO_2 ning massasi topiladi. So‘ngra shu asnovda uglerodning miqdori aniqlanadi. Buni tenglamalar shaklida quyidagicha tasvirlash mumkin:



Bilvosita usullarda aniqlanuvchi moddaning miqdori u haydalgandan keyingi qoldiq moddaning massasi o'lchash asosida aniqlanadi. Masalan, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tarkibidagi kristallizatsiya suvi-ning miqdorini aniqlashni, namunasi massasini o'lchanadi va modda 110-125 °C da ma'lum vaqt qizdiriladi. Bunda kristallizatsiya suvi bug' holida quyidagi reaksiya bo'yicha



chiqib ketadi. Qoldiqning massasi yana o'lchanib, massalar farqidan kristallizatsiya suvi (yoki gigroskopik namlik) miqdori aniqlanadi.

Cho'ktirish usullarida aniqlanadigan modda kimyoviy reaksiyalar yordamida kam eruvchan birikmalar holida cho'ktiriladi.

Aniqrog'i bu metodda analiz qilinadigan moddani tarozida tortib olingan qismi biror usul bilan eritmaga o'tkaziladi, so'ngra aniqlanayotgan element biror qiyin eriydigan birikma tarzida cho'ktiriladi, hosil qilingan cho'kma filtrlab olinadi, yaxshilab yuviladi, qizdiriladi (yoki quritiladi) va tarozida aniq tortiladi. Cho'kmaning massasiga va formulasiga qarab, unda aniqlanayotgan elementning miqdori hisoblab topiladi va bu miqdor moddaning analiz uchun tortib olingan qismiga nisbatan foiz bilan ifodalanadi.

Cho'ktirish aytib o'tilgan usullarning eng muhimi hisoblanadi. Cho'ktirilgan modda miqdori 0,1–1,0g atrofida bo'lishi kerak. Kristall cho'kmalar 0,5–0,9g, amorf cho'kmalar esa 0,1–0,3g atrofida olinadi.

Kristall va amorf cho'kmalar. Yirik kristallarni olish.

Cho'kmalar sifatli, toza va tez filtrlanuvchi bo'lish kerak. Ma'lumki, $EK_{\text{MeX}} < [\text{Me}] \cdot [\text{X}]$ bo'lgandagina cho'kma tusha boshlaydi. Moddani cho'ktirish uchun reaktivning qo'yilgan vaqti bilan cho'kmani hosil bo'lishi oralig'ida o'tgan vaqt induksion davr deyiladi. U sekundning ulushlari, soatlar orasida bo'lishi mumkin. Yirik kristallarni olish cho'kmani tabiatidan tashqari cho'ktirish shartlariga ham bog'liq bo'ladi.

O'tgan asr boshida Fon Veymarn cho'kma zarrachalarining katta kichikligi cho'kayotgan sharoitda eritmaning nisbiy o'ta to'yinishi darajasiga teskari proporsional ekanligini aniqladi:

$$x = \frac{Q - S}{S}$$

Q- aralastirilayotgan eritmalarning molyar konsentratsiyalari;
S- muvozanat hosil bo'lgan vaqtida cho'kmaning molyar eruvchanligi;

Q-S –cho'kish boshlangandagi o'ta to'yinish – minimal o'ta to'yinish;

X- nisbiy o'ta to'yinish.

Yirik kristallar olish uchun Q ni kamaytirish, ya'ni eritmani suyultirish kerak.

Cho'kmaning kristallanish markazalari qanchalik kam bo'lsa, kristallar shunchalik yirik bo'ladi.

Ionlarni kristalda tutib turish energiyasi kristall panjara energiyasi deyiladi.

Cho'kma tushganda, eritmadagi ionlar bilan suv molekulasi o'rtasidagi bog' energiyasi uziladi.

Kristall panjara energiyasini Ekris. deb, gidratlanish energiyasini Egidr. deb belgilasak, cho'kmaning hosil bo'lishi uchun Ekris. > Egidr. bo'lish kerak. Avval agregatlar hosil bo'lib, so'ng- ra tartib bilan joylashadi.

Agregatlarning hosil bo'lish tezligini Tagr., tartib bilan joylashish tezligini Tor. deb olsak

Tor > Tagr. bo'lganda kristall cho'kmalar

Tor < Tagr. bo'lganda amorf cho'kmalar

Tagr. >>Tor. bo'lganda iviq cho'kmalar hosil bo'ladi.

Agregatlar o'z energiyasini yo'qotib, muvozanatga o'tishga va tartib bilan joylashishga harakat qiladi.

2.1.1. Birgalashib cho‘kish

Cho‘kma tushayotganda eritmadan begona ionlarni o‘zi bilan birga olib tushadi.

Ayni sharoitda ishlatilayotgan reaktiv bilan cho‘kma bermaydigan begona moddalarning cho‘ktirilayotgan birikma bilan birgalashib cho‘kmaga tushishi, birgalashib cho‘kish deb ataladi.

Birgalashib cho‘kish gravimetriyada katta xatolikka olib keladi. Lekin, jarayonning foydali tomoni ham bor.

Aniqlanayotgan modda miqdori kam bo‘lsa, cho‘kmaga tushmaydi. Ammo, birgalashib cho‘kishdan foydalanib biror cho‘kma bilan birgalikda mikrokomponentlarni ham qo‘shib cho‘ktirish mumkin bo‘ladi. Masalan, RaSO_4 ning EK si nihoyatda kam bo‘lishiga qaramay, dengiz suvlaridan radiyni ajratib bo‘lmaydi. BaSO_4 ishtirokida esa, RaSO_4 ham birgalashib cho‘kadi.

Adsorbsiya

Adsorbsiyada cho‘kmaning ustidagi qavati eritmadagi musbat va manfiy ionlarni o‘ziga tortadi. Adsorbsiya qaytar jarayon bo‘lgani uchun bir vaqtni o‘zida unga qarama qarshi desorbsiya bo‘lgan jarayon ketadi. Natijada adsorbsion muvozanat vujudga keladi (lotincha ad-yuza, sorbere-yutish). Adsorbsion muvozanatning holati bir necha omillarga bog‘liq:

– amorf cho‘kmalarning sathi katta bo‘lgani uchun ularda adsorbsiya kuchayadi;

– ionlar konsentratsiyachi bir xil bo‘lsa, zaryadi katta bo‘lgan ion adsorbsiyalanadi;

– ionlarning zaryadi bir xil bo‘lsa, konsentratsiyasi katta bo‘lgan ion adsorbsiyalanadi;

– cho‘kma kristall panjarani tashkil qilgan ionlarni birinchi navbatda adsorbsiyalaydi.

Okklyuziya

Cho‘kma tushayotganda va yetilayotganda eritmadagi begona ionlar takomillashgan kristall panjara orasidagi bo‘shliqlarga kirib qoladi va uni yuvib bo‘lmaydi. Birgalashib cho‘kishning bu xiliga okklyuziya deyiladi (lotincha occlusus-ichiga kirib bekinib olgan). Bu asosan, krisatall cho‘kmalarda yuz beradi. Kristall qanchalik

tez tushsa, okklyuziya shuncha ko'p bo'ladi. Okklyuziyani kamaytirish uchun aniqlanadigan moddani gomogen eritmadan cho'ktirish kerak.

Izomorfizm

Kimyoviy formulalari o'xshash bo'lib, bir xil geometrik ravishda kristallanuvchi moddalar izomorf moddalar deyiladi.

Ya'ni birgalikda kristall panjara hosil qilib, kristallanishi mumkin bo'lgan moddalar izomorf moddalar deb ataladi. Bu vaqtda aralash kristallar hosil bo'ladi. Har xil achchiqtoshlar $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ va $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ bunga misol bo'la oladi. Kristall panjaralarning o'lchami bir-biriga yaqin bo'lganligidan Al^{3+} va Cr^{3+} bir-birining o'rniga o'tiradi. K^+ va NH_4^+ ionlari radiusi bir-biriga juda yaqin bo'lganligidan ham $MgNH_4PO_4$ va $MgKPO_4$ moddalar izomorf hisoblanadi va hok.

Xlopin va uning shogirdlarining tekshirishlari natijasida izomorf birga cho'kishdagi miqdoriy qonuniyatlar hamda bu qonuniyatlarining tajriba sharoitlariga qarab o'zgarishi aniqlandi.

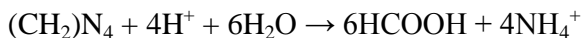
2.1.2. Gomogen cho'ktirish

Kristall cho'kmalar hosil qilish uchun keyingi yillarda gomogen cho'ktirish (eritmada hosil bo'luvchi reagentlar) usulidan foydalaniladi. Bunda cho'ktiruvchi "yashirin shaklda" eritmaga kiritilib sekin parchalanadigan moddadan hosil bo'lishi kerak. Qo'shilgan moddaning sekin asta parchalanishi natijasida cho'ktiruvchi hosil bo'lib, u eritmaning butun hajmida bir tekis taqsimlanadi. Cho'ktiruvchining konsentratsiyasi cho'kma hosil bo'lish jarayonida, odatda, juda kichik bo'ladi, shuning uchun ham mexanik aralashtirish talab etilmaydi va kristallizatsiya markazlari hosil bo'lish tezligi sekin bo'ladi. Ularning hammasi ayrim kristallarning o'sishiga imkon beradi. Bu vaqtda ichki adsorbsiya ta'siri kamayadi.

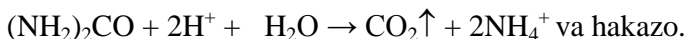
Hosil bo'luvchi reagentlar usulining qo'llanilishini quyidagi uch misolda qarab chiqamiz.

1. Cho'ktiriluvchi metall tuzi eritmasiga shuncha miqdor kislotaga qo'shish kerakki, bunda eritmaga qo'shilgan cho'ktiruvchi

metall ioni bilan cho'kma hosil qilmasin. So'ngra eritmaga urotropin yoki mochevina qo'shib qizdirilsa, kislota bu modda ta'siridan sekin asta birikmaga bog'lanadi. Shunday qilib, ionning cho'kishi uchun optimal sharoit yaratiladi. Bu quyidagicha tenglamalar bilan tasvirlanishi mumkin:



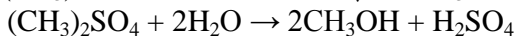
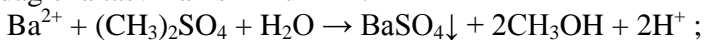
yoki:



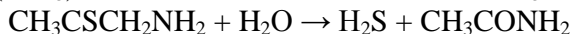
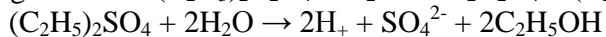
Shu yo'sinda CaC_2O_4 , $\text{Al}(\text{OH})_3$, BaSO_4 va hok. cho'kmalar olinadi.

2. Cho'ktiriluvchi ion oldindan barqaror kompleksga bog'lanadi, bunda cho'ktiruvchi qo'shilganda cho'kma hosil bo'lmaydi. So'ngra kompleksning sekin parchalanishi uchun sharoit yaratiladi. Masalan, bariyni EDTA-Na bilan ishqoriy muhitda kompleksi hosil qilinib, eritmaga sulfat tuzi eritmasi qo'shiladi, bunda BaSO_4 cho'kmaga tushmaydi. Sekin-asta muhitni kislotalikga o'tkaza borib EDTA-Na hosil bo'lishni ta'minlab, Ba^{2+} ioni hosil qilinadi. Faqat shundan keyingina BaSO_4 cho'kadi.

3. Cho'ktiriluvchi ion eritmasiga erkin cho'ktiruvchi emas, balki boshqa, uni hosil qiluvchi, modda qo'shiladi. Masalan bariyni cho'ktirish uchun eritmaga $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ qo'shilsa, u sekin asta SO_4^{2-} ioniga aylanadi. Biroq, cho'ktiruvchini sulfat kislota efiri shaklida kiritish keng tarqalgan. Sulfat kislotaning efirlari isitilganda sekin gidrolizlanadi. Gidroliz natijasida hosil bo'lgan sulfat ioni esa, cho'kishni ta'minlaydi. Misol tariqasida bariyni dimetilsulfat ta'siridan cho'ktirishni qarab chiqsak, jarayon quyidagicha tasvirlanishi mumkin.



Shuningdek: $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{C}_2\text{O}_4 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$



gidroliz reaksiyalaridan ham eritmada cho'ktiruvchi reagent hosil qilinadi.

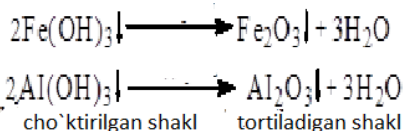
Demak, analiz natijasining aniqligi cho'ktiruvchini to'g'ri tanlanganligiga, undan qancha qo'shilganligiga, cho'ktirish qancha sharoitda olib borilganligiga bog'liq bo'ladi. Shuning uchun ham cho'kmalarga ma'lum talablar qo'yiladi.

Cho'kmalarga qo'yiladigan talablar

Tegishli reaktiv ta'sirida eritmadan cho'ktiriladigan birikmaga cho'ktiriladigan shakl deyiladi.

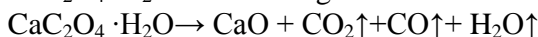
Analizning oxirgi natijasini olish uchun tarozida tortiladigan birikma esa tortiladigan shakl deyiladi.

Masalan, Fe^{3+} va Al^{3+} ionlariga NH_4OH ta'sir ettirilganda hosil bo'ladigan $Fe(OH)_3\downarrow$ va $Al(OH)_3\downarrow$ cho'ktiriladigan shakl.

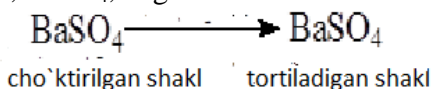


Al_2O_3 va Fe_2O_3 lar esa tortiladigan shakl deyiladi.

$CaC_2O_4 \cdot H_2O$ da tortiladigan shakl CaO dir.



Ayrim hollarda cho'ktiriladigan va tortiladigan shakllar bir xil bo'ladi. Masalan, $BaSO_4$, $AgCl$ da.



Cho'ktiriladigan shaklga qo'yiladigan talablar:

1. Cho'ktiriladigan shakl nihoyatda kam eriydigan bo'lishi kerak. Binar elektrolitlarda EK si $1 \cdot 10^{-8}$ dan katta bo'lmagan-dagina amalda to'la cho'ktirish mumkin.

2. Cho'ktiriladigan shakl strukturasi(tuzilishi) mumkin qadar tezlik bilan filtrlashga va begona qo'shimchalardan tozalab yuvishga imkon beradigan bo'lishi kerak. Yirik kristallar ishlash uchun qulaydir, yuzasi kichik bo'lganligi uchun begona aralashmalarni kam adsorbilaydi, filtr teshikchalarini deyarli to'sib qolmaydi. Bu jihatdan $BaSO_4$ va CaC_2O_4 kabi mayda kristall

cho'kmalar uncha qulay emas. Undan tashqari, cho'ktirish jarayoni noto'g'ri olib borilganda, bunday cho'kmalar filtr teshikchalaridan o'tib ketadi.

3. Cho'ktiriladigan shakl oson tortiladigan shaklga o'tishi kerak.

Amorf cho'kmalar, ayniqsa, $Al(OH)_3$ kabi iviq cho'kmalar juda hajmdor bo'ladi, shuning uchun ular eritmadagi begona aralashmalarni ko'p adsorbilaydi yuvish ancha qiyin bo'ladi, filtrlash ham sekin boradi.

Lekin analiz uchun qulay xossalariga ega bo'lgan birikmalarining yo'qligi tufayli aytib o'tilgan cho'kmalardan foydalanishga to'g'ri keladi.

Amorf cho'kmalarga qo'yiladigan talablar

Amorf cho'kmalarni qaynoq eritmasini biror qulay elektrolit koagulyator ishtirokida cho'ktirish kerak. Koagulyator sifatida odatda NH_4^+ tuzlari yoki kislotalar (agar ular ishtirokida cho'kmaning eruvchanligi unchalik ko'p ortib ketmasa) ishlatiladi.

Amorf cho'kmalarni konsentrlangan eritmalardan cho'ktiruvchining konsentrlangan eritmasi bilan cho'ktiriladi, bunda cho'ktiruvchini tezroq qo'shish mumkin.

Ammo shuni hisobga olish kerakki, cho'kmaning umumiy sirti kamayishi hisobiga adsorbsiyalanishning kamayishi bilan birga, eritmada adsorbsiyalanuvchi ionlar konsentratsiyasining ortishi bilan adsorbsiyalanish yana ortib ketishi mumkin. Bunday hollarda cho'ktiruvchini qo'shib bo'lgan zahoti eritma ustiga ko'p miqdorda qaynoq suv solib suyultiriladi (~100ml).

Amorf cho'kmalarni shu ondayoq filtrlab, yuviladi. Cho'kma tursa zichlashib qoladi va yuvish qiyinlashadi. Ishqorlar shishaga ta'sir etadi va SiO_2 ajratadi.

Kristall cho'kmalarga qo'yiladigan talablar:

Cho'ktirishni shunday olib borish kerakki, eritma doimo cho'ktirilayotgan birikmaga mumkin qadar kamroq o'ta to'yinagan bo'lsin, ya'ni EK si juda ham ortib ketmasin.

Buning uchun:

1. Cho'ktirishni yetarli darajada suyultirilgan eritmada cho'ktiruvchini ham suyultirilgan eritmasidan qo'shish bilan olib borish kerak.

2. Cho'ktiruvchini juda sekin tomchilatib (ayniqsa, cho'kishning boshlanishida) qo'shish kerak.

3. Eritmani doimo shisha tayoqcha bilan aralashtirib turish lozim (o'ta to'yingan eritma hosil bo'lmasligi uchun). Kristall cho'kmani cho'ktirilayotgan vaqtda uning eruvchanligini oshirish foydalidir. Albatta, oxirida cho'ktiruvchini ortiqcha qo'shib yoki biror boshqa usul bilan eruvchanligini yana kamaytirish kerak.

Demak yirik kristallar hosil bo'lishiga:

4. Qaynoq eritmalardan cho'ktiruvchining qaynoq eritmasi bilan cho'ktirish kerak.

5. Cho'ktirilayotgan paytda cho'kmaning eruvchanligini oshiruvchi moddalarni qo'shish kerak. (Masalan, BaSO_4 ni cho'ktirishda HNO_3 qo'shiladi, u eritmada HSO_4^- ionlarini hosil qilishi natijasida cho'kmaning eruvchanligi oshadi. Cho'kish oxirida cho'ktiruvchidan biroz ortiqroq qo'shib BaSO_4 ning eruvchanligi yana kamaytiriladi.

Cho'ktiruvchi qo'shilgandan keyin tushgan cho'kmani bir necha soat (odatda kelgusi kungacha) qo'yib qo'yiladi. Qo'yib qo'yilgan cho'kma yetiladi, ya'ni uning zarrachalari yiriklashadi. Cho'kmaning yetilishini tezlatish uchun suv hammomida aralashtirib qizdiriladi.

a) Eritmalarni qo'shish tartibi ichki adsorbsiyada muhim ahamiyatga ega. Masalan, BaSO_4 cho'kmasini olishda BaCl_2 ga H_2SO_4 emas balki, teskarisini qilganimiz ma'qul bo'ladi.

Demak, ichki adsorbsiya (okklyuziya)ni kamaytirish uchun cho'ktirishni tarkibida cho'ktirilayotgan birikmalarning anionlari ortiqcha miqdorda bo'lgan muhitda olib borish kerak.

b) Cho'ktiruvchini juda sekinlik bilan tomchilatib (ayniqsa cho'kishning boshlanishida) qo'shish kerak.

d) Cho'ktiruvchi qo'shilganda eritmaning cho'ktiruvchi qo'shilayotgan qismi juda o'ta to'yingan ketmasligi uchun eritmani shisha tayoqcha bilan aralashtirib turish kerak.

Tortiladigan shaklga qo'yiladigan talablar:

Tarkibi kimyoviy formulasiga to'la mos kelishi kerak.

Tortiladigan shakl kimyoviy jihatdan yetarli darajada barqaror bo'lishi kerak.

Tortiladigan shaklda aniqlanayotgan elementning miqdori mumkin qadar kam bo'lishi, aksincha tortiladigan shaklning molekular massasi esa mumkin qadar katta bo'lishi kerak, chunki aniqlash xatolari (masalan, tortishdagi xatolar, cho'kmaning erish yoki filtrga to'la o'tkazilmaganligi natijasida kamayishi va boshqalar) analizning oxirgi natijasiga kam ta'sir etadi.

Masalan, faraz qilaylik xromning tortiladigan shakllari ikki xil ya'ni, biri BaCrO_4 , ikkinchisi esa Cr_2O_3 holida bo'lsin. Agar bu shakllarning ikkalasidan ham 1mg dan yo'qotilsa u holda quyidagi xatolarga yo'l qo'yiladi:

Tortiladigan shakl:



253,3mg BaCrO_4 da-----52mg Cr bor

1mg BaCrO_4 da -----X mg Cr bor

$$x = \frac{52 \cdot 1}{253,1} = 0,2_{M2} \text{ Cr bor}$$

Tortiladigan shakl:



152mg Cr_2O_3 da ----104mg Cr bor

1mg Cr_2O_3 da -----X mg Cr bor

$$x = \frac{104 \cdot 1}{152} = 0,7_{M2} \text{ Cr bor}$$

Bundan ko'rinadiki cho'kma BaCrO_4 holida tortilsa, xato cho'kmani Cr_2O_3 holida tortilganiga qaraganda 3,5 marta kam bo'lar ekan.

Yuqorida sanab o'tilgan talablar cho'ktiruvchi tanlashning ahamiyati katta ekanligini ko'rsatadi.

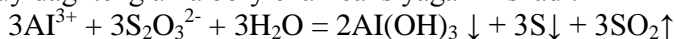
Bundan tashqari quyidagi hollarni ham e'tiborga olishga to'g'ri keladi. Ma'lumki, cho'kma o'zi bilan begona moddalar yoki

ionlarni, shu bilan birga cho'ktiruvchi ionlarni ham olib cho'kadi. Yuqoridagi to'la bo'lmasligi mumkin. Shuning uchun cho'ktiruvchi uchuvchan bo'lishi kerak. Masalan, Fe^{3+} ni cho'ktirishda KOH yoki NaOH bilan emas balki, NH_4OH bilan, Ba^{2+} ni Na_2SO_4 bilan emas balki H_2SO_4 bilan cho'ktirish maqsadga muvofiqdir va hokazo.

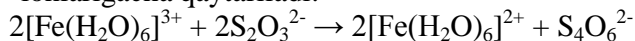
Albatta bu qoidaga doimo rioya qilinavermaydi. Masalan, Cu^{2+} ni $\text{Cu}(\text{OH})_2$ holda cho'ktirishda NH_4OH emas, balki NaOH yoki KOH ishlatiladi, chunki $\text{Cu}(\text{OH})_2$ cho'kmasi NH_4OH ning ortiqcha miqdorida erib ketadi.

Amalda uchraydigan ko'pchilik analizlarda aniqlanayotgan ionni bir qator boshqa ionlar ishtirokida cho'ktirishga to'g'ri keladi. Shuning uchun cho'ktirilayotgan modda bilan birga qiyin eriydigan boshqa moddalarning ham cho'kmaga tushish ehtimolligi borligini hisobga olish zarur. Bunday hodisa ro'y bermasligi uchun zarur ionni cho'ktirib, eritmadagi boshqa ionlarni cho'ktirmaydigan, ya'ni yetarli darajada spetsifik bo'lgan cho'ktiruvchini tanlab olish juda muhimdir.

Misol keltiraylik, Al^{3+} ionini aniqlashda ko'pincha uni ammiak bilan $\text{Al}(\text{OH})_3$ tarzida cho'ktirib, cho'kmani qizdirilgandan so'ng hosil bo'lgan Al_2O_3 ni tortiladi. Ammo eritmada Fe^{3+} ionlari ham bo'lsa, bu metod noqulaydir, chunki bu ion ham ammiak ta'sirida $\text{Fe}(\text{OH})_3$ hosil qilib cho'kmaga tushadi. Bu holda Al^{3+} ionlari bilan reaksiyaga kirishuvchi spetsifikroq cho'ktiruvchini, chunonchi natriy tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ni ishlatish qulaydir. Al^{3+} ionlari $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ bilan quyidagi tenglama bo'yicha reaksiyaga kirishadi:



Cho'kma $\text{Al}(\text{OH})_3 \downarrow + \text{S} \downarrow$ ni filtrlab yuvib qizdiriladi, bunda oltingugurt (S) yonib ketdi ($\text{SO}_2 \uparrow$), $\text{Al}(\text{OH})_3$ esa Al_2O_3 ga aylanadi. Fe^{3+} ionlari $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ta'sirida cho'kmaga tushmaydi, balki Fe^{2+} ionlarigacha qaytariladi:



Cho'ktiruvchining miqdori

Aniqlanadigan moddaning to'la cho'kishiga cho'ktiruvchining miqdori ham muhim ahamiyatga ega. Buni PbSO_4 misolida ko'rib chiqaylik:

$$[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] = K_{\text{PbSO}_4} = 2,2 \cdot 10^{-8}$$

$[Pb^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}] < 2,2 \cdot 10^{-8}$ bo'lsa, eritma to'yinmagan bo'ladi,
 $[Pb^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}] > 2,2 \cdot 10^{-8}$ bo'lganda cho'kma tushadi.

Agar, $Pb(NO_3)_2$ va Na_2SO_4 ning baravar hajmda olingan 0,0001 M li eritmalari aralashtirilsa, $PbSO_4$ cho'kmasi hosil bo'lmaydi. Bunda moddalarning har qaysisini konsentratsiyasi 2 marta kamayadi yoki 0,00005 M ga teng bo'lib qoladi.

Demak, eritmadagi $[Pb^{2+}]$ va $[SO_4^{2-}]$ ionlari konsentratsiyasi

$[Pb^{2+}] = [SO_4^{2-}] = 5 \cdot 10^{-5}$ g-ion/l ga teng.

$[Pb^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}] = 5 \cdot 10^{-5} \cdot 5 \cdot 10^{-5} = 25 \cdot 10^{-10} = 2,5 \cdot 10^{-9}$

Ya'ni, $2,5 \cdot 10^{-9} < 2,2 \cdot 10^{-8}$ bo'lgani uchun eritma $PbSO_4$ ga nisbatan to'yinmagan bo'ladi va cho'kma tushmaydi.

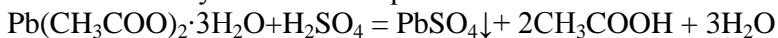
Agar, $[Pb^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}]$ ionlari ko'paytmasi $2,2 \cdot 10^{-8}$ dan katta bo'lsa $PbSO_4$ ga nisbatan cho'kmaga tusha boshlaydi. EK qiymatiga yetganda cho'kma va eritma orasida dinamik muvozanat o'rnatiladi va cho'kmaning tushishi to'xtaydi. Bunda eritma berilgan temperaturada $PbSO_4$ ning to'yingan eritmasi bo'ladi.

Absolyut erimaydigan modda bo'lmaganligi uchun EK qiymati ham hech qachon nolga teng bo'lmaydi.

Bundan shunday xulosa qilish mumkinki, hech bir cho'ktirish nazariy jihatidan oxirigacha to'la bo'lmaydi. Cho'ktiriladigan ionlarining tegishli EK qiymatidan kichik bo'lgani miqdori eritmada qoladi.

Gravimetrik analizda eritmada qolgan cho'ktiriladigan moddaning miqdori tortish aniqligi (0,0002g) dan kichik bo'lganda amaliy jihatdan to'la cho'kgan hisoblanadi.

Demak, buning uchun cho'ktiruvchining miqdorini yetarlicha olishga to'g'ri keladi. Qancha olish kerakligini reaksiya tenglamasi bo'yicha taxminan hisoblash mumkin. Masalan, faraz qilaylik, $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ dagi Pb^{2+} miqdorini sulfat kislota bilan cho'ktirish yordamida aniqlash kerak bo'lsin.



Agar analiz uchun olingan $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ 0,6525g bo'lsa:

1mol $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ uchun -----1mol H_2SO_4 to'g'ri kelsa,

0,6525g $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ uchun-----Xmol H_2SO_4 to'g'ri keladi.

$M(\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}) \approx 380$; $M_r(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 98$

0,6525g ni $\approx 0,7$ g deb olsak;

380g $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ga -----98g H_2SO_4 to'g'ri keladi.

0,7g $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ga-----X g H_2SO_4 to'g'ri keladi.

$$X = \frac{0,7 \cdot 98}{380} \approx 0,2 \quad X=0,2 \text{ g}$$

Odatda, cho'ktiruvchi eritma sifatida ishlatiladi. Shuning uchun H_2SO_4 ning gramm miqdoridan eritmasining hajmiga o'tiladi.

Konsentratsiyani foizlarda, mollarda ifodalashadi.

Faraz qilaylik Pb^{2+} ni cho'ktirish uchun hajm bo'yicha 10%-li H_2SO_4 eritmasi ishlatilsin.

U holda, kerakli hajmni quyidagi proporsiyadan topamiz:

100ml eritmada-----10g H_2SO_4 bor

X ml eritmada----- 0,2g H_2SO_4 bor

$$X = \frac{100 \cdot 0,2}{10} = 2, \quad X=2 \text{ ml}$$

Agar eritma konsentratsiyasi mol.larda bo'lsa, u holda, bitta proporsiyadan hisoblab topish mumkin:

Masalan, H_2SO_4 konsentratsiyasi 0,5M (1n) bo'lsa, u holda, 1 mol H_2SO_4 bu eritmaning 2,0 litrida bo'ladi:

380g $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ga -----2000ml 0,5M H_2SO_4 e-ga to'g'ri keladi.

0,7g $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ga -----X ml 0,5M H_2SO_4 e-ga to'g'ri keladi.

$$X = \frac{0,7 \cdot 2000}{380} \approx 4,0 \quad X=4 \text{ ml}$$

Reaksiya tenglamasi bo'yicha hisoblangan cho'ktiruvchini miqdorida PbSO_4 ning cho'kishi qanchalik to'liq bo'lishini ko'rib chiqaylik. Uning bu miqdorida Pb^{2+} ning har bir ioniga bir ion SO_4^{2-} to'g'ri keladi. Shuning uchun bu ionlarning cho'kish

oxiridagi konsentratsiyasi o'zaro teng bo'ladi. Uning EK si xona haroratida $[Pb^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}] = EK_{PbSO_4} = 2,2 \cdot 10^{-8}$

U holda, har birining konsentratsiyasi;

$$[Pb^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}] = \sqrt{2,2 \cdot 10^{-8}} \approx 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l.}$$

Agar eritmada qolgan hamma Pb^{2+} va SO_4^{2-} ionlari qo'shib cho'kmaga tushsa edi, u holda, $1,5 \cdot 10^{-4}$ mol yoki $1,5 \cdot 10^{-4} \cdot 303g$ $PbSO_4$ har bir litr eritmadan hosil bo'lar edi. Analiz uchun 1 litr emas, balki 100ml eritma ishlatiladi. U holda, bunday sharoitlarda $PbSO_4$ cho'kmasining eruvchanligi hisobiga bo'lgan yo'qotish taxminan quyidagiga teng:

$$\Delta = 1,5 \cdot 10^{-4} \cdot 303 \cdot 0,1 \approx 0,0045g.$$

Demak ko'rinib turibdiki, bu holda Pb^{2+} ning cho'ktirilishi amaliy jihatidan to'la cho'kishi deb bo'lmaydi va yo'qotish normadan ≈ 22 marta kattadir (0,0002 g dan).

Cho'kishning to'la bo'lishiga cho'ktiruvchi ortiqcha miqdorining ta'siri.

Yuqorida ko'rib o'tdikki $PbSO_4$ ni cho'ktirishda cho'ktiruvchining reaksiya tenglamasi bo'yicha ekvivalent miqdorda olinishi $PbSO_4$ ning cho'kishi to'la bo'lmasligini ko'rsatdi. Nazariya va tajriba ko'rsatadiki, cho'ktiruvchining ortiqcha miqdorini qo'llash bilan bu tuzni cho'ktirishni to'la bo'lishini ta'minlash mumkin. Haqiqatdan EK qoidasiga ko'ra qiyin eruvchan elektrolitning to'yingan eritmasida ionlar konsentratsiyalari ko'paytmasi o'zgarmas temperaturada o'zgarmas kattaligidir.

$$[Pb^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}] = EK_{PbSO_4} = 2,2 \cdot 10^{-8} \text{ (25 } ^\circ C \text{ da)}$$

Bu tenglamadan ko'rinib turibdiki Pb^{2+} ionlarining konsentratsiyasi kamaytirilib, cho'ktiruvchi SO_4^{2-} ning konsentratsiyasi orttiriladi.

Endi yuqorida hisoblangan 4 ml 0,5 M li H_2SO_4 o'rniga 6 ml, ya'ni 1,5 marta ko'p olinsa, $PbSO_4$ ning qanchalik to'la cho'kkanligini hisoblash mumkin.

Olingan 6 ml dan 4 millilitri Pb^{2+} ni cho'ktirish uchun sarflansa, 2 ml H_2SO_4 ortib qoladi. Eritmaning umumiy hajmi 100 ml.

Demak, 2 ml ortiqcha H_2SO_4 100 ml gacha (50 marta) suyultirilgan bo'ladi. U holda, eritmadagi H_2SO_4 ning konsentratsiyasi $0,5 M : 50 = 0,01 = 10^{-2} M$ bo'ladi.

H_2SO_4 kuchli elektrolit uning har bir molekulasini 1 ta SO_4^{2-} ionini beradi. Agar, biz SO_4^{2-} ionlarining ozgina $PbSO_4$ cho'kmasini hosil qiladigan miqdorini inobatga olmasak, u holda $[SO_4^{2-}] \approx 10^{-2} \text{ mol/l}$ bo'ladi.

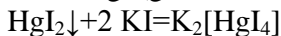
Ikkinchidan, $PbSO_4$ ning eruvchanligini X orqali ifodalasak, unda $[Pb^{2+}] = X$ bo'ladi, $[Pb^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}] = x \cdot 10^{-2} = 2,2 \cdot 10^{-8}$

$$X = \frac{2,2 \cdot 10^{-8}}{1 \cdot 10^{-2}} = 2,2 \cdot 10^{-6} M$$

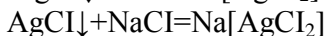
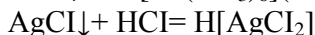
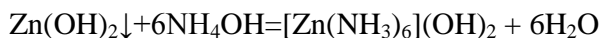
$PbSO_4$ ning eruvchanligidan yo'qotiladigan miqdori $\Delta = 2,2 \cdot 10^{-6} \cdot 303 \cdot 0,1 = 0,00007 \text{ g}$ bo'ladi va bu miqdor tortish aniqligidan kichik bo'ladi.

Demak, cho'ktiruvchining 1,5 marta ortiq olinishi to'la cho'kmaydigan $PbSO_4$ ning to'la cho'kishini ta'minlaydi. Boshqa EK si unchalik kichik bo'lmagan ($\sim 1 \cdot 10^{-8}$ yoki kichik) cho'kmalarda ham cho'ktiruvchining 1,5 marta ortiq olinishi to'la cho'kishni ta'minlaydi. Shuning uchun gravimetrik analizda cho'kishning to'la bo'lishini ta'minlash uchun cho'ktiruvchini reaksiya tenglamasi bo'yicha hisoblangan miqdoridan odatda 1,5 marta ortiqcha miqdorda olinadi. Ammo cho'ktiruvchining haddan tashqari ortiqcha miqdorda olinishi cho'kishning to'la bo'lishini ta'minlamaydi, balki kamaytirib yuboradi, ya'ni cho'kmaning eruvchanligini oshirib yuboradi.

Eruvchanlik oshirishining asosiy sabablari kompleks birikmalarining hosil bo'lishi yoki nordon tuzlarning hosil bo'lishi, cho'ktiriladigan moddaning amfoterligi (gidroksidlar) va hok.



eritma



eritma

Tuz effekti

Cho'ktiruvchini haddan tashqari ko'p qo'shishning yana bir zararli tomoni tuz effektidir. Eritmada ishtirok etayotgan turli kuchli elektrolitlar odatda, cho'kmaning eruvchanligini oshirib yuboradi.

Tananayev va Mizetskayalarning tekshirishlari bo'yicha $PbSO_4$ ning eruvchanligi KNO_3 , $NaNO_3$ va hok. ishtirokida oshadi, shuningdek bu tuzlar umumiy konsentratsiyalari ortishi bilan eruvchanligi shuncha ortadi. Bunday effektni tuz effekti deyiladi.

0,1 M HCl ning aktivligi $a_{H^+} = a_{Cl^-} = 0,0814$ g-ion/l

$$f_{H^+} = f_{Cl^-} = \frac{a}{c} = \frac{0,0814}{0,1} = 0,814$$

Demak $a = f \cdot c$

Ionlarni aktivligi, shu ionlar konsentratsiyasining tegishli aktivlik koeffitsientiga ko'paytmasidir.

Aktivlik koeffitsienti bu ionlar orasidagi elektrostatik tortishish va itarish kuchlari ta'siri o'lhovidir.

Agar $fa < 1$ bo'lsa, ionlararo kuchlar ta'sirida ionlar harakati-ning chegaralanganligidir. Bunda $a < c$ bo'ladi. $fa = 1$ bo'lsa, $a = c$ bo'ladi. Bunda ion o'z konsentratsiyasiga mos ravishda ta'sir etadi. U kuchli elektrolitlarda faqat juda suyultirilgan eritmalarda ($C = 0,0001$ M yoki kichik), ya'ni ionlararo masofa katta bo'lganda, ion o'z konsentratsiyasiga mos ravishda ta'sir etadi.

Aktivlik haqidagi ta'limotga ko'ra, hamma muvozanat tenglamalariga masalan, dissotsilanish konstantasi tenglamasi, EK siga ionlar konsentratsiyasi emas, balki aktivliklari qiymati kiritilishi kerak.

Elektrolit ionlari aktivligi nafaqat uning eritmadagi konsentratsiyasiga balki, eritmada ishtirok etayotgan boshqa hamma ionlar konsentratsiyalari va zaryadlariga ham bog'liqdir.

$$a_{Pb^{2+}} \cdot a_{SO_4^{2-}} = EK_{PbSO_4} = \text{const.}$$

$a = f \cdot c$ ga muvofiq

$$a_{Pb^{2+}} = [Pb^{2+}] \cdot f_{Pb^{2+}} \quad \text{va} \quad a_{SO_4^{2-}} = [SO_4^{2-}] \cdot f_{SO_4^{2-}}$$

Buni e'tiborga olib quyidagini hosil qilamiz:

$$[Pb^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}] \cdot f_{Pb^{2+}} \cdot f_{SO_4^{2-}} = \mathcal{K}_{PbSO_4}$$

PbSO₄ ning to‘yingan eritmasida ionlar konsentratsiyasi ko‘paytmasi:

$$[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] = \frac{\mathcal{EK}_{\text{PbSO}_4}}{f_{\text{Pb}^{2+}} \cdot f_{\text{SO}_4^{2-}}}$$

EK qiymati bunda doimiydir. Aktivlik koeffitsienti qiymati esa ion kuchining ortishi bilan kamayadi. fa ning kamayishi esa maxrajning kichrayishiga, konsentratsiya ko‘paytmasining ortishiga olib keladi. Bu esa, eritmaga kuchli elektrolitlar kiritilganda (KNO₃ va NaNO₃ va hok.) sodir bo‘ladi.

Misol. 0,1 M KNO₃ eritmasida PbSO₄ ning eruvchanligi suvdagiga nisbatan necha marta o‘zgaradi?

Yechimi. $\mu = \frac{1}{2}([\text{K}^+] \cdot 1^2 + [\text{NO}_3^-] \cdot 1^2) = \frac{1}{2}(0,1 + 0,1) = 0,1$

Jadvaldan bu ion kuchiga to‘g‘ri keladigan f ni topilsa:

$$f_{\text{Pb}^{2+}} = f_{\text{SO}_4^{2-}} = 0,33$$

PbSO₄ ning eruvchanligini X orqali belgilasak, u holda:

$$[\text{Pb}^{2+}] = [\text{SO}_4^{2-}] = X$$

$$\mathcal{EK}_{\text{PbSO}_4} = [\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] \cdot f_{\text{Pb}^{2+}} \cdot f_{\text{SO}_4^{2-}} = x \cdot x \cdot 0,33 \cdot 0,33 = 2,2 \cdot 10^{-8}$$

$$x^2 (0,33)^2 = 2,2 \cdot 10^{-8} \text{ bundan}$$

$$x = \frac{\sqrt{2,2 \cdot 10^{-8}}}{0,33} = 4,5 \cdot 10^{-4} \text{ M}$$

Endi, PbSO₄ ning suvdagi eruvchanligini topsak, PbSO₄ ning eruvchanligi 4,5 · 10⁻⁴ M bo‘lsa, aktivlik koeffitsientini birga teng deb olsak bo‘ladi.

U holda, $[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] = 2,2 \cdot 10^{-8}$

$$x = \sqrt{2,2 \cdot 10^{-8}} \approx 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ M}$$

1 l eritmada 0,1 M KNO₃ ishtirok etganda, PbSO₄ ning eruvchanligini taxminan 3 marta oshirar ekan. Bu tuz effektidir.

Vodorod ionlari konsentratsiyasini cho'kmani to'la cho'kishga ta'siri

Qiyin eriydigan metall gidroksidlarini cho'ktirish. Bunda cho'ktiruvchi OH^- ionidir. Uning konsentratsiyasi H^+ bilan quyidagicha bog'langan:

$$[H^+] \cdot [OH^-] = K_{H_2O} = 10^{-14} (22^0 C\grave{o}a)$$

Tenglamadan ko'rinib turibdiki H^+ ionlari ortishi bilan OH^- ionlari konsentratsiyasi kamayadi. Gidroksidlarni to'la cho'kishi uchun kerak bo'lgan pH qiymatini $\mathcal{E}K$ tenglamasidan hisoblash mumkin.

Masalan, $Mg(OH)_2$

$$[Mg^{2+}] \cdot [OH^-]^2 = \mathcal{E}K_{Mg(OH)_2} = 5 \cdot 10^{-12}$$

$$[OH^-] = \sqrt{\frac{\mathcal{E}K_{Mg(OH)_2}}{[Mg^{2+}]}}$$

Analitik tarozida aniqligi 10^{-4} bo'lgani uchun, hosil bo'ladigan cho'kmalarning g/mol massasini o'rtacha 100g deb olish mumkin. U holda moddaning amaliy jihatidan to'la cho'kishi eritmadagi konsentratsiyasi $10^{-4} : 100 = 10^{-6}$ M bo'lganda sodir bo'ladi. Buni inobatga olib:

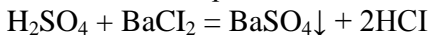
$$[OH^-] = \sqrt{\frac{\mathcal{E}K_{Mg(OH)_2}}{[Mg^{2+}]}} = \sqrt{\frac{5 \cdot 10^{-12}}{10^{-6}}} \approx 2 \cdot 10^{-3} \text{ M}$$

$$\text{Demak: } pOH = -\lg[OH^-] = -\lg 2 \cdot 10^{-3} = -(0,3-3) = 2,7$$

$$pH = 14 - pOH = 14 - 2,7 = 11,3$$

Mg^{2+} ionlari eritma pH i 11,3 bo'lganda gidroksid holida to'la cho'kadi. $pH > 11,3$ bo'lsa cho'kish yanada to'la bo'ladi.

Cho'ktiruchi miqdorini hisoblash:



$$[Ba^{2+}] \cdot [SO_4^{2-}] = \mathcal{E}K_{BaSO_4} = 1,1 \cdot 10^{-10}$$

$$Mr(H_2SO_4) = 98 \text{ g/mol}$$

$$Mr(BaCl_2) = 244,3 \text{ g/mol}$$

$$Mr(BaSO_4) = 233,4 \text{ g/mol}$$

1) 233,4 g BaSO₄-----98 g H₂SO₄

0,5g BaSO₄-----x g H₂SO₄

$$x = \frac{98 \cdot 0,5}{233,4} = 0,21\text{g}$$

0,3n

H₂SO₄

$$T_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \vartheta_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{1000} = \frac{0,3 \cdot 49,04}{1000} = 0,01471\text{g/ml}$$

0,01471g-----1ml

0,21g-----Xml

$$x = \frac{0,21 \cdot 1}{0,01471} = 14,28\text{ml} \approx 14,3\text{ml}$$

2) 98 g H₂SO₄-----244,3g BaCl₂

0,21g H₂SO₄-----u g BaCl₂

$$y_{\text{стехиом}} = \frac{0,21 \cdot 244,3}{98} = 0,5235\text{g}$$

Cho'ktiruvchining optimal miqdori stexiometrik miqdordan 1,5 marta ortiq olinishi kerak.

U_{optimal} = 2 · stexiometrik = 2 · 0,5235 = 1,047 g

BaCl₂ 10% li bo'lsa, bu eritmadan qancha olish kerakligini hisoblaymiz.

100ml-----10g

z ml-----

1,047g

$$z = \frac{100 \cdot 1,047}{10} = 10,47\text{ml} \approx 10,5\text{ml}$$

Demak, 10% li BaCl₂ dan ≈10,5 ml olish kerak ekan.

Laboratoriya ishi №11

SULFAT KISLOTA YOKI UNI ERUVCHI TUZI TARKIBIDAGI SO_4^{2-} IONINING MIQDORINI ANIQLASH

Usulning mohiyati. Eruvchi tuz tarkibidagi sulfat ionini kislotali muhitda bariy ioni bilan choʻkma hosil qilishga asoslangan:

Choʻkma BaSO_4 kristallari etilgandan soʻng filtrlanadi, yuviladi (xlor ioni yoʻqolguncha). Choʻkma kuydiriladi va yuqori temperaturada qizdirib, doimiy massaga keltiriladi. Bu misolda gravimetrik va choʻktiriluvchi forma bir xil (BaSO_4) boʻladi. Analiz uchun olingan namunasi va hosil qilingan gravimetrik formaga asoslanib sulfat ionlarning prosent miqdori hisoblanadi.

Tahminiy hisoblashlar: a) analizga olinadigan namuna miqdorini hisoblash. Choʻkma $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ dan hosil qilinadi shu sababli uni molekular massasi hisoblanadi.

$$M(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 = 132,0 \quad M \text{BaSO}_4 = 244,4$$

BaSO_4 choʻkmasi kristall holatda boʻlgani uchun, uni tortiluvchi shaklining massasi = 0,5 g. boʻlishi kerak. U holda analiz uchun kerak boʻlgan namuna quyidagicha topiladi:

$$g = 0,5 \cdot 132,0 / 233,4 = 0,28 = 0,3 \text{ g}$$

b) choʻktiruvchini hisoblash. Misol uchun BaCl_2 ni 1 n eritmasidan foydalansa ham boʻladi.

Kimyoviy reaksiyasi: $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{BaCl}_2 = \text{BaSO}_4 + \text{NH}_4\text{Cl}$
132,0 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ dan -244,3 g BaSO_4 choʻksa

$$x = 0,3 \cdot 244,34 / 132 = 0,55 \text{ g}$$

BaCl_2 ning 1n eritmasida 122,17 g quruq tuzi boʻlsa, 0,5 g BaCl_2 necha ml eritmada boʻladi?

$x = 0,55 \cdot 100 / 122,17 = 4,50 \text{ ml}$. Odatda, choʻktiruvchini 1,5 - 2 marta ortiqcha olinadi, yaʼni $(4,50 \text{ ml} \cdot 1,5 = 6,75 = 7 \text{ ml})$.

Aniqlash tartibi: hisoblangan va analitik tarozida tortib olingan ammoniy sulfat tuzini 200-250 ml li stakanga oʻtkazib taxminan 100 ml distillangan suvda eritiladi va ustiga 6 n xlorid kislotasidan 2 -3 ml qoʻshib, qaynaguncha isitiladi (stakan № 1). Oʻlchov asbobi bilan bariy xloridning 1 n eritmasidan 7,0 ml olib taxminan 50 - 60 ml distillangan suv bilan suyultiriladi va qaynagun-

cha isitiladi (stakan № 2). Soʻngra stakan № 2 dagi issiq eritmani shisha tayoqcha orqali tomchilatib aralashtirish bilan oxirgacha tomiziladi. Choʻkma toʻliq hosil boʻlganini tekshiriladi. Buning uchun 1 - 2 tomchi BaCl_2 ning issiq eritmasini shisha tayoqcha boʻylab choʻkma ustidagi eritmasiga solinganda eritma loyqalansa yana 0,5 – 1,0 ml choʻktiruvchi eritmasidan solinadi. Choʻkma toʻliq choʻktirilguncha davom ettiriladi. Shundan soʻng, eritmasi bilan suv hammomiga 2 - 3 soat qoʻyiladi yoki kelgusi darsga qadar ogʻzini berkitib qoldiriladi. Soʻngra filtrlanadi. Odatda, koʻk lentalik kulsiz filtr qogʻozidan foydalaniladi. Choʻkma ustidagi eritmasi dekantatsiya usulida filtrlanadi, yaʼni imkon qadar choʻkmani loyqalatmasdan uni ustidagi eritmasidan ajratiladi. Stakandagi choʻkma issiq suv bilan 2 - 3 marta yuviladi. Shu asosda hamma choʻkmani filtr qogʻoziga oʻtkaziladi. Stakan devorida qolgan choʻkma boʻlakchalarini esa hoʻllab kulsiz filtr qogʻoz yordamida shisha tayoqchasi bilan artiladi. Shunday qilib, hamma choʻkma filtr qogʻozga oʻtkazilgach, choʻkma yuviladi. Choʻkmani yuvish bilan begona ionlardan tozalanadi, aks holda bu ionlar keyingi bosqichda choʻkmani ifloslaydi. Choʻkmani yuvish unda Cl^- ionlari tamom boʻlgunga qadar davom ettiriladi (eritma AgNO_3 bilan Cl^- ioniga reaksiya bermasligi kerak).

Choʻkmani voronkasi bilan oxirgi tomchi suvi oqib oʻtgandan keyin uni quritish shkafiga qoʻyiladi. Choʻkma qurigach, filtr qogʻozini asta-sekin voronkadan olinadi, oldindan doimiy ogʻirlikka keltirilgan tigelga solinadi. Tigelni choʻkmasi bilan chinni uchburchak ustiga qoʻyib, past alangada qogʻoz kuydiriladi. Soʻngra tigelni kuydirilgan filtri bilan harorati 700 - 900 °C boʻlgan mufel pechida 35–40 minut qizdiriladi va eksikatorida xona haroratigacha sovutilib tortiladi. Shu asosda choʻkmani qizdirish va tortishni toki doimiy massaga kelgunga qadar bajari-ladi. Bu jarayon oxirgi ikki marta tortishdagi farq \pm 0,0002 g dan oshmay qolguncha davom ettiriladi. Gravimetrik usulda doimo ikkita va undan koʻproq parallel tajriba olib boriladi.

Odatda, analitik tarozida olingan natijalarni jadval koʻrinishda yoziladi.

Tortiladigan modda	Massa, grammlarda	
	I chi aniqlash (I - tigel)	II chi aniqlash (II tigel)
Bo'sh tigel I qizdirishdan so'ng	12,4673	15,7578
Bo'sh tigel II qizdirishdan so'ng	12,4654	15,7571
Bo'sh tigel III qizdirishdan so'ng	12,4652	15,7571
Tigelning BaSO ₄ bilan I qizdirishdan so'ng	-----	-----
Tigelning BaSO ₄ bilan II qizdirishdan so'ng	-----	-----
Tigelning BaSO ₄ bilan III qizdirishdan so'ng	-----	-----
Bo'sh tigel oxirgi qizdirishdan so'ng	12,4652	15,7571
Tortilgan BaSO ₄ massasi	-----	-----

Analiz natijalarini hisoblash

№	X _i , %	X _{io} 'rt	d= X _i - X _{io} 'rt	d ²	$S = \sqrt{\frac{\sum d^2}{n-1}}$	$Sr = \frac{S}{X_{i\text{ypr}}}$	$\Delta x = Sr \cdot tp/n^{1/2}$	X _{io} 'rt ± Δx
1	0,4382	0,4370	0,0012					
2	0,4368		0,0002					
3	0,4359		0,0011					

$$X\% = \frac{b \cdot f \cdot 100}{a}$$

b – tortiladigan massa

a – analiz uchun olingan namuna massasi

f – qayta hisoblash faktori (yoki gravimetrik faktor)

$$f = \frac{\text{SO}_4^{2-}}{\text{BaSO}_4} = \frac{96,07}{233,4} = 0,4116$$

233,4g BaSO₄-----96,07g SO₄²⁻ bor

a₁ gr BaSO₄-----X₁ gr SO₄²⁻ bor

$$X_1 = \frac{a_1 \cdot 96,07}{233,4} = b_1 \text{ } \rho \text{SO}_4^{2-}$$

233,4g BaSO₄-----96,07g SO₄²⁻ bor

a₂ gr BaSO₄-----X₂ gr SO₄²⁻ bor

$$X_2 = \frac{a_2 \cdot 96,07}{233,4} = b_2 \text{ } \rho \text{SO}_4^{2-}$$

absolut xato = a_{o'rt} - a =gr.

$$\eta\% = \frac{a_{\text{ypm}} - a_{\text{xak}}}{a_{\text{xak}}} \cdot 100 = \dots\dots\% \text{ xam o}$$

Nisbiy xato

SAVOLLAR

1. Miqdoriy analiz va uning ahamiyati.
2. Miqdoriy analiz qaysi sohalarda qo'llaniladi?
3. Miqdoriy analiz, analiz qilinuvchi modda miqdoriga qarab qanday turlarga bo'linadi?
4. Kimyoviy analiz metodlari fizikaviy metodlardan qanday farqlanadi?
5. Fizikaviy metodlarning sezgirligi qanday?
6. Miqdoriy analiz qanday metodlarga bo'linadi?
7. Kimyoviy metodlarga analizning qaysi xillari kiradi?
8. Titrlashda ekvivalent nuqta deb nimaga aytiladi?
9. Faza analizi nima? Misollar keltiring.
10. Analizni bajarilish vaqtiga qarab nechaga bo'linadi? Ekspress analiz, to'la analiz, qisman analiz nima?

2.2. BO'LIM

TITRIMETRIK ANALIZ HAQIDA ASOSIY TUSHUNCHALAR

2.2.1. Noma'lum moddaning miqdorini aniqlashda kimyoviy analiz metodlari asosan 2 ga bo'linadi: gravimetrik metodlar; titrimetrik metodlar.

Gravimetrik metodda aniqlanayotgan modda yoki ionni biror yomon eriydigan birikma holda cho'ktirib, filtrlab, tashqi ionlardan tozalab, quritiladi (yoki kuydiriladi) va cho'kmaning massasini analitik tarozida tortib, moddaning miqdori topiladi. Lekin, gravimetrik metod eng aniq metod bo'lsa ham, uni bajarish uzoq vaqt talab qilganligi uchun hozirgi vaqtda kam qo'llaniladi.

Titrimetrik metodlar tez bajariladi va kam vaqt talab qilinadi, lekin aniqlash xatosi kattaroq bo'ladi. Ammo analiz sinchiklab, puxta bajarilsa, gravimetrik analizdagi natijani olish mumkin.

Titrimetrik analiz metodlari miqdoriy analizning asosiy qismini tashkil qiladi. Lekin bu metodlarda hamma reaksiyalardan foydalanib bo'lmaydi. Qo'llaniladigan reaksiyalar ma'lum talablarga javob berishi kerak:

- reaksiya katta tezlik bilan stexiometrik ravishda borishi;
- ishlatilayotgan reaktiv faqatgina aniqlagayotgan modda uchun sarf bo'lishi, reaksiya bittagina tenglama bilan borishi;
- reaksiya oxirigacha borishi, ya'ni deyarli qaytmas bo'lishi;
- reaksiya oxirini-ekvivalent nuqtani aniqlash uchun indikator tanlangan bo'lishi kerak.

Bu talablarga javob bermaydigan reaksiyalarni titrimetrik analizda qo'llab bo'lmaydi. Titrimetrik analizda qo'llanayotgan reaksiyaning turiga qarab: 1) kislota-asosli titrlash metodi, 2) oksidlanish-qaytarilish metodi, 3) kompleks hosil qilish metodi va cho'ktirish metodlariga ajratish mumkin.

Analiz qilinayotgan modda tarkibidagi noma'lum ionning, molekulaning miqdorini topish uchun u bilan stexiometrik ravishda reaksiyaga kiradigan ikkinchi reaktivning konsentratsiyasi aniq ma'lum bo'lishi kerak.

Konsentratsiyasi aniq ma'lum bo'lgan eritmalar standart eritmalar deyiladi.

2.2.2. Standart eritmalar

Analitik tarozida modda miqdori aniq tortib olinib, eritiladi va eritma o'lchov kolbasiga solinib chizig'igacha suyultirib tayyorlanadi. Eritmasi bu usulda tayyorlanadigan moddalar birlamchi standartlar deyiladi. Birlamchi standartlarga bir necha talablar qo'yiladi: 1) kimyoviy toza bo'lishi, 2) tarkibi formulasiga aniq javob berishi, 3) quruq holda va eritmada saqlanganda barqaror bo'lishi kerak. Qo'yilgan talablarning birortasi bajarilmasa, unday moddadan birlamchi standart eritma tayyorlab bo'lmaydi.

Tarozida tortib tayyorlash mumkin bo'lmasa, moddaning taxminiy eritmasi tayyorlanib, so'ngra u bilan tez va stexiometrik ravishda reaksiyaga kiruvchi birlamchi standart eritma orqali aniq konsentratsiyasi topiladi.

Masalan, NaOH havodan karbonat angidridni o'ziga yutib, bir qismi Na_2CO_3 ga aylanadi. Shuning uchun kimyoviy toza bo'lsa, ham, undan standart eritma tayyorlab bo'lmaydi. Uning taxminiy konsentratsiyali eritmasi tayyorlanib, birlamchi standart, masalan, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ eritmasi orqali aniqlanadi. Bunday moddalar (ya'ni NaOH) ikkilamchi standartlar deyiladi.

Fiksanallardan tayyorlash. Reaktiv sifatida fiksanallar aniq o'lchangan qattiq modda yoki eritma bo'lib, ampulaga solib kavsharlangan bo'ladi. Uning uchlari biroz botiqroq, devori esa yupqaroq bo'lib, shu yeridan teshiladi va ampuladagi moddaning hammasi o'lchov kolbasiga o'tkazilib, bir necha marta chayib kolbaga solinadi va kolbaning chizig'igacha suyultirilsa, aniq konsentratsiyali eritma hosil bo'ladi. Fiksanallarga moddaning nomi va miqdori yozib qo'yilgan bo'ladi. Masalan, "0,1g-ekv." deb yozilgan ampulalarni olib, uchini sindirib, 1000 ml, 500 ml, 200 ml o'lchov kolbalariga solib bir necha marta chayib bo'lgach, chizig'igacha suyultirsak, kolbalarda tegishlicha 0,1000 n, 0,2000 n, 0,5000 n standart eritmalar hosil bo'ladi.

Odatda, bir marta qilingan analizdan to'g'ri natija chiqarib bo'lmaydi. Analizni bir necha marta takrorlab, o'rtachasi olinadi. Shuning uchun analizga olingan moddani eritib, o'lchov kolbasiga solinadi va bo'g'zidagi chiziqqacha suyultirib, yaxshilab aralastiriladi. Undan aniq hajm o'lchab olib, analiz qilinadi. Analiz qilish uchun aniq o'lchab olingan hajm "aliquot qism" deyiladi.

Moddaning noma'lum miqdorini topish uchun, eritmadagi aniqlanayotgan modda bilan tez va stexiometrik ravishda reaksiyaga kirishuvchi ikkinchi bir reagentni ekvivalent miqdorda reaksiyaga kirishguncha oz-ozdan qo'shib boriladi. Bu jarayon-bir eritmani ikkinchi eritmaga asta-sekin qo'shib borish titrlash deyiladi va eritmaga solingan indikatorning rangi o'zgarishi bilan titrlash to'xtatiladi. Bu nuqta titrlashning oxirgi nuqtasi deyiladi. Titrlashning oxirgi nuqtasi ekvivalent nuqtadan oldin yoki keyin kelishi mumkin. Titrimetrik metodlar titrlash usuliga qarab bo'linadi:

Bevosita titrlash usuli – aniqlanayotgan ionni ikkinchi aniq konsentratsiyali reagent bilan to'g'ridan-to'g'ri titrlab, ekvivalent nuqtani topish mumkin.

Bilvosita titrlash usuli-aniqlanayotgan moddani biror sababga ko'ra (reaksiya tezligi kichik bo'lsa, ekvivalent nuqtani aniqlash uchun indikator topilmasa va h.) bevosita titrlab bo'lmasa, u vaqtda bilvosita titrlash usulidan foydalaniladi. Bilvosita titrlash- "qoldiqni titrlash" ham deyiladi. Uning mohiyati quyidagicha: analiz uchun olingan aliquot qismga, uning tarkibidagi ion bilan reaksiyaga kirishuvchi ikkinchi standart eritmadan mol miqdorda solinadi, so'ngra reaksiyaga kirmay qolgan ortiqcha miqdordagi reagent ikkinchi standart eritma bilan titrlanadi. Birinchi reagentning reaksiyaga kirmay qolgan qismini aniqlab, analiz qilina-yotgan modda miqdorini aniqlash mumkin. Masalan, Al^{3+} ioni komplekson III bilan reaksiyaga kirganda reaksiya tezligi kichik bo'ladi. Shuning uchun Al^{3+} ni solingan kolbaga ortiqcha miqdorda komplekson III standart eritmadan aniq o'lchab solamiz. So'ngra Al^{3+} ioni bilan reaksiyaga kirmay qolgan komplekson III ni standart rux eritmasi bilan titrlab topiladi.

Shunday qilib, bilvosita titrlash metodida ikkita standart eritma ishlatiladi. Birinchi standart eritma aniqlanayotgan modda bilan reaksiyaga kirs, ikkinchi standart eritma birinchisi bilan reaksiyaga kirishadi.

Moddaning miqdorini aniqlashda ba'zan "o'rindoshlik metodi" ham ishlatiladi. Bunda aniqlanayotgan ion maxsus tanlangan reaksiya yordamida boshqa moddaga aylantiriladi va oxirgi modda biror standart eritma bilan titrlab topiladi. Masalan, Cr^{2+} havoda tez oksidlanib ketadi va oksidlovchi bilan bevosita titrlash qiyin. Shuning uchun unga ortiqcha miqdorda aniq o'lgangan Fe^{3+} eritmasi qo'shiladi. Bu vaqtda Cr^{2+} ga ekvivalent ravishda Fe^{2+} hosil bo'ladi va uni titrlab Cr^{2+} ning miqdorini topish mumkin. Bu usul oksidlovchi yoki qaytaruvchi anionlar bilan qiyin eriydigan birikmalar hosil qiluvchi kationlarning miqdorini aniqlashda ham qo'llaniladi. Masalan, Ca^{2+} ionini aniqlash uchun ammoniy oksalat ta'sir ettirilsa, CaC_2O_4 hosil bo'ladi va cho'kmani filtrlab, yuvib, suvda eritilsa, u holda, Ca^{2+} ga ekvivalent miqdorda $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ kislotasi hosil bo'ladi va uni KMnO_4 bilan titrlab, Ca^{2+} ning miqdorini aniq topish mumkin.

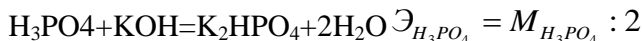
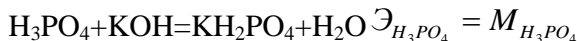
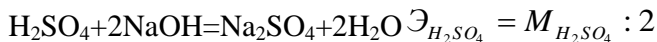
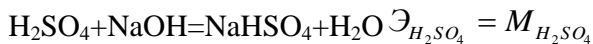
2.2.3. TITRIMETRIK ANALIZDA NATIJALARNI HISOBLASH

Titrimetrik analiz metodlarida natijalarni hisoblashlar ekvivalentlar qonuniga asoslangan. Berilgan reaksiyada moddaning 1 gramm-atom vodorod yoki istagan bir valentli elementning 1 gramm-atomiga to'g'ri keladigan qismiga moddaning ekvivalenti deyiladi. Ekvivalent miqdorga to'g'ri keladigan grammlar soniga moddaning gramm-ekvivalenti deyiladi. 1 l eritmada erigan moddaning ekvivalentlar soniga eritmaning normalligi deyiladi. Masalan, 1 l eritmada 1 g-ekv. modda erigan bo'lsa, 1 n eritma, 2 g/ekv. modda erigan bo'lsa 2 n va h.

Bir moddaning gramm-ekvivalenti ikkinchi moddaning gramm-ekvivalenti bilan to'la reaksiyaga kirishadi.

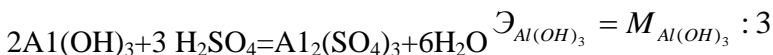
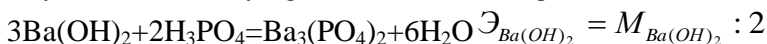
Moddaning gramm-ekvivalenti, uning molekular massasidan farqli o'laroq, turg'un son bo'lmasdan, reaksiyaning borishiga

qarab o'zgarib turadi. Uni topish uchun, reaksiya tenglamasini yozib, moddaning qancha miqdori 1g-ion vodorodga to'g'ri kelishini topib olish kerak. Masalan:

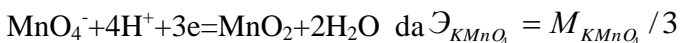
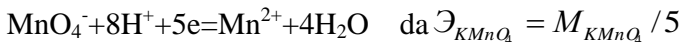


va hokazo.

Bir gramm-ion OH^- bir gramm-ion H^+ bilan reaksiyaga kirishgani uchun, ishqorlarda gramm-ekivalentni topish uchun, reaksiyada ishtirok etayotgan OH^- ionlari soniga bo'lish kerak:



Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarida esa, moddaning ekvivalenti, uning shu reaksiyada birlashtirib olgan yoki chiqargan elektronlar soni bilan aniqlanadi. Masalan:



Bilvosita titrlashda esa moddaning ekvivalenti boshqacharoq aniqlanadi. Masalan, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 6\text{J}^- + 14\text{H}^+ = 2\text{Cr}^{3+} + 3\text{J}_2 + 7\text{H}_2\text{O}$ reaksiyasida HCl bo'yicha $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ning ekvivalenti $E = M/14$ bo'lishi kerak edi. Lekin reaksiyada ajralib chiqqan J_2 ni titrlanadi. Shuning uchun $\mathcal{E}_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} / 6$ ga teng. Shunga o'xshash $\text{KJO}_3 + 5\text{KJ} + 6\text{HCl} = 3\text{J}_2 + 6\text{KCl} + 3\text{H}_2\text{O}$ ya'ni: $\text{JO}_3^- + 5\text{e} + 6\text{H}^+ = \text{J}^- + 3\text{H}_2\text{O}$ da $\mathcal{E}_{\text{KJO}_3} = M/5$ bo'lmog'i kerak edi. Lekin ajralib chiqqan yodni $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ bilan titrlangani uchun $\mathcal{E}_{\text{KJO}_3} = M/6$ ga teng.

Agar eritmaning hajmi (V) uning normalligi (N) ga ko'paytirilsa, 1 n lik eritmaning ekvivalent hajmi topiladi. Masalan, 20 ml 0,1 n eritma ($20 \times 0,1 = 2$) 2 ml 1 n eritma ($2 \times 1 = 2$) ga to'g'ri keladi.

Bir xil normallik eritmalar teng miqdorda reaksiyaga kirishadilar. Ekvivalentlar qoidasiga asosan, bir moddaning hajmini uning konsentratsiyasiga bo'lgan ko'paytmasi (N_1V_1) ikkinchi moddaning hajmini konsentratsiyasiga ko'paytmasiga (N_2V_2) teng bo'ladi, ya'ni

$$N_1V_1=N_2V_2 \quad (1)$$

Shu qoidaga asosan (NV) eritmadagi moddaning miqdorini topish mumkin.

Konsentratsiyasi aniq 1 n bo'lgan eritmaning 1 ml hajmida 0,001 g-ekv. (E/1000) modda bo'ladi yoki NV ml da $NV \cdot 0,001 \cdot E$ modda bo'ladi. Demak, modda massasi (Q) uning hajmi (V) va eritmaning normalligi o'rtasidagi bog'liqlik quyidagicha bo'ladi:

$$Q = \frac{N \cdot V \cdot \mathcal{E}}{1000} \quad (2)$$

Bu tenglamadan foydalanib, ma'lum hajm (V) va berilgan normallik (N) da eritma tayyorlash uchun moddadan qancha tortib olish kerakligini hisoblash mumkin. Xuddi shu tarzda aniq konsentratsiyali (N), ma'lum hajmda (V) eritma tayyorlash uchun qancha miqdorda (Q) modda tortib olish kerakligini hisoblash mumkin.

Odatda, analiz qilinayotgan modda miqdorini topish uchun uning g-ekv. ni bilish kerak.

$$Q = \frac{N_1 \cdot V_1 \cdot \mathcal{E}_1}{1000} \quad (3)$$

Lekin N_1 va V_1 larni bilish shart emas, ularning o'rniga ishchi eritmaning normalligini N_2 ni va hajmi V_2 ni bilish kifoya. Haqiqatan, (1) va (2) tenglamalarga asosan tenglama (3) ni o'rniga

$$Q = \frac{N_2 \cdot V_2 \cdot \mathcal{E}_1}{1000} \quad (4)$$

deb olish mumkin.

Agar aniqlanayotgan moddaning % miqdorini bilish kerak bo'lsa, analizga olingan tortimni (a) ni hisobga olish kerak bo'ladi, ya'ni:

$$\% = \frac{Q-100}{a} \quad (5)$$

a – analiz uchun olingan moddaning massasi;

Q – namunadagi aniqlanayotgan moddaning massasi.

yoki (4) ga asosan o'rniga qo'ysak:

$$\% = \frac{N_2 V_2 \mathcal{E}_1 \cdot 100}{1000 \cdot a} \quad \text{yoki} \quad \% = \frac{N_2 V_2 \mathcal{E}_1}{10 \cdot a}$$

Bir marta bajarilgan ishdan to'g'ri natija olib bo'lmaydi. Analiz kamida 3 marta bajarilib, ular yaqin natija berganda (hajmlar farqi 0,1 ml dan oshmasligi kerak) o'rtachasi olib hisoblanadi. Buning uchun analizga olingan modda eritmasini muayyan bir hajmga keltirilib, uning biror ulushi aniq o'lchab olinib, analiz qilinadi. Masalan, analiz qilinayotgan eritma 250 ml o'lchov kolbasida suyultirilib, analiz uchun pipetka bilan 20,0 ml o'lchab olinadi va 3–4 marta qaytarilib, sarf bo'layotgan standart eritmaning o'rtacha hajmi topiladi va formulaga (4) qo'yib hisoblansa 20 ml dagi moddaning miqdori topiladi. Analiz qilinayotgan moddaning umumiy miqdorini topish uchun olingan natija 250 ml kolbadagiga mos kelishi kerak, ya'ni

$$Q = \frac{N \cdot V \cdot \mathcal{E}}{1000} \cdot \frac{V_k}{V_n} \quad (6)$$

V_k -kolbaning hajmi

V_n -pipetkaning hajmi

Yoki $\frac{V_k}{V_n} = f$ -ko'paytirish faktori deyiladi.

Ba'zan natijani hisoblashda ishchi eritmaning titri degan tushunchadan foydalaniladi.

1 ml eritmada erigan moddaning miqdoriga eritmaning ishchi eritma bo'yicha titri deyiladi va u T harfi bilan belgilanadi. Masalan, $T_{\text{HCl}}=0,00037$ bo'lsa, shu eritmaning 1 ml da 0,00037 gramm HCl eriganligini bildiradi. Eritmaning titrini titrlashga ketgan hajmga ko'paytirsak, sarf qilingan reaktivning miqdori topiladi. Eritmaning normalligi ma'lum bo'lsa, uning titrini hisoblash mumkin. Masalan, 0,1 n KOH eritmasi. Uning gramm-

ekvivalenti 1/10 qismini, ya'ni $56,1 \cdot 0,1 = 5,61$ g tashkil etadi va 1 ml ertmada $5,61:1000 = 0,00561$ g ni tashkil qiladi. Umumiy holda

$$T = \frac{N \cdot \mathcal{E}}{1000} \quad (7).$$

Ommaviy analizlarni bajarishda ishchi eritmaning titri emas, aniqlanayotgan modda bo'yicha titrini qo'llash juda qulaydar va natijani hisoblash ancha soddalashadi. Eritmaning normalligi ma'lum bo'lsa, uning aniqlanayotgan modda bo'yicha titrini osonlik bilan hisoblash mumkin. Misol uchun Cl^- ionini aniqlash uchun AgNO_3 0,1042 n eritmasi olingan bo'lsin. Bu eritmaning 1 ml dagi miqdori $0,1042:1000$ g-ekv AgNO_3 ga teng va shuncha ekvivalent miqdorda Cl^- bilan reaksiyaga kiradi. Cl^- ning gramm-ekvivalenti 35,45 g bo'lgani uchun AgNO_3 ning Cl^- bo'yicha titri

$$T_{\text{AgNO}_3 / \text{Cl}^-} = \frac{0,1042 \cdot 35,45}{1000} = 0,003694 \text{ g/ml}$$

Agar kontrol eritmadagi Cl^- ni aniqlash uchun 22,50 ml AgNO_3 sarf bo'lgan bo'lsa, titrlanayotgan eritmadagi Cl^- ning miqdori

$$Q = T_{\text{AgNO}_3 / \text{Cl}^-} \cdot V_{\text{AgNO}_3} = 0,003694 \text{ g/ml} \cdot 22,50 \text{ ml} = 0,08312 \text{ g}$$

ga teng bo'ladi.

Endi bilvosita metod bilan titrlashdagi natijani hisoblashni ko'rib chiqamiz. Bu metod, odatda, reaksiya tezligi kichik bo'lganda, reaksiya stexiometrik ravishda ketmagan hollarda yoki ekvivalent nuqtani aniqlashda indikator bo'lmasagina qo'llaniladi. Bu metodda ikki standart eritma kerak bo'ladi. Aniqlanayotgan modda eritmasiga mol miqdorda birinchi standart eritma solinadi. Uning reaksiyaga kirmay qolgan qismini esa ikkinchi standart eritma bilan titrlab, aniqlanayotgan modda uchun sarf bo'lgan reagent miqdorini hisoblab topiladi.

Faraz qilaylik, konsentratsiyasi N_1 bo'lgan birinchi standart eritmadan V_1 ml qo'shildi, so'ngra reaksiyaga kirmay qolgan qismini titrlash uchun konsentratsiyasi N_2 bo'lgan ikkinchi standart eritmadan V_2 sarf bo'ldi. U holda

$$1\text{- standart eritmadan } n_1 = \frac{N_1 \cdot V_1}{1000} \text{ miqdorda}$$

2- standart eritmadan $n_2 = \frac{N_2 \cdot V_2}{1000}$ miqdorda solingan bo‘ladi.

$$n_1 - n_2 = \frac{(N_1V_1 - N_2V_2)}{1000} \cdot \mathcal{E} \text{ va nihoyat}$$

$$Q_A = \frac{(N_1V_1 - N_2V_2) \cdot \mathcal{E}_A}{1000} = \dots \text{g} \quad (8)$$

$$\text{yoki } Q_A = \frac{(N_1V_1 - N_2V_2) \cdot \mathcal{E}_A \cdot f}{10 \cdot a} = \dots \% \quad (9)$$

Eritmalarning konsentratsiyasini aniqlash usullari.

Titrimetrik analizda eritmalarning konsentratsiyasini aniqlashda 2 usul qo‘llaniladi.

Pipetkalash metodi. Bunda konsentratsiyasi aniqlanishi kerak bo‘lgan eritma ma‘lum hajmgacha suyultirilib, undan alikvot qism olib standart eritma bilan titrlanadi. Masalan, 0,1 n NaOH eritmasining aniq normalligini aniqlash uchun, undan alikvot qism olib, oksalat kislotaning standart eritmasi bilan titrlanadi va $N_{NaOH} \cdot V_{NaOH} = N_{H_2C_2O_4} \cdot V_{H_2C_2O_4}$ formula bo‘yicha N_{NaOH} aniq topiladi, 3–4 marta titrlab, o‘rtacha natija olinadi.

Alohida tortimlar metodi. Massasi bir-biriga yaqin bo‘lgan 3–4 tortimni olib, ixtiyoriy hajmda eritiladi va hosil bo‘lgan eritma titrlanadi. Bunda tortim har xil bo‘lgani uchun uni titrlashga sarf bo‘lgan reagent hajmi ham har xil bo‘ladi. Har bir tortimga asosan uning normalligi topilib, o‘rtachasi olinadi. Bu metod pipetkalash metodiga qaraganda aniqroq natija beradi.

Laboratoriya ishi №12

250 ml. O‘LCHOV KOLBASINING SIG‘IMINI TEKSHIRISH

Yuvib tozalangan kolbalarni atseton bilan chayqab, uy haroratida quritiladi. Quritilgan 250 ml. hajmli kolbani 250 g tarozi toshi bilan texnik tarozining chap pallasiga qo‘yiladi, o‘ng pallasiga metall bo‘laklari (rux, mixlar) qo‘yiladi va tarozi muvo-

zanatga keltiriladi. Undan keyin tarozi toshlari olib qo'yiladi, o'lchov idishining belgisiga qadar distillangan suv quyiladi. Belgidan tashqaridagi suv tomchilarini filtr qog'oz bilan olib tashlanadi. Suvli kolba yana tarozining pallasiga qo'yiladi. Tarozining o'ng pallasi massasi bilan suvli kolba massasi tarozini muvozanatga keltirmasligi mumkin. Buni esa tarozining o'ng pallasiga mayda toshlar qo'yish bilan muvozanatga keltiriladi. Kolbadagi suvning massasi massalar farqidan topiladi. Agar milligramm toshlar chap pallasiga qo'yilib, tarozi muvozanatga keltirilsa, u holda, suvning massasi 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, kolba ichidagi 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.

Agar kolbaning sig'imi 20°C da aniq 250 ml bo'lsa, tajriba sharoitidagi haroratda uning massasi qanday bo'lishini hisoblab topish mumkin. Kolbadagi suvning harorati termometr yordamida 2–3 min. davomida $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ aniqlikda o'lchanadi. Faraz qilaylik, kolbaga solingan suvning harorati 24°C ga teng. O'lchov idishlarini kalibrlash jadvalida shu harorat qarshisida oxirgi ustunda 996,39 soni turadi. U 20°C da aniq 1,0 l 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), ko'rsatilgandan 0,45 g ko'p. Bu esa ayni kolbaning sig'imi 250 ml dan 0,45 ml ortiq, ya'ni 250,45 ml ekanligini ko'rsatadi.

O'lchov kolbasini kalibrlash natijalarini hisoblash:

Kolbadagi suvning massasi....g. Suvning harorati....

O'lchangan haroratda aniq hajmli kolbadagi suvning massasi=....g. (kalibrlash jadvalidan olinadi).

Eksperimental o'lchangan va jadvaldan olingan suv 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 belgisigacha yuqorida bo'lishi kerak, so'ng belgisigacha keltiriladi va analitik tarozida tortilgan bo'sh kolbaga qo'yiladi. Kolbani tiqin bilan berkitib, yana analitik tarozida 0,001 g aniqlikda tortiladi. Suvning massasi massalar farqidan topiladi. Tajriba bir necha marta qaytariladi va o'rtachasi olinadi. Natijalar orasidagi farq 0,005 g dan ortiq bo'lmasligi kerak. Pipetkaning sig'imini xuddi o'lchov kolbasining sig'imini o'lchashdagi kabi hisoblanadi.

Tortish natijalari:

Kolbaning suv bilan massasi 1).....2).....3)....

Bo'sh kolbaning massasi 1).....2).....3)....

Suvning massasi

Suvning ortiqcha massasi Suvning harorati

Hajmi aniq bo'lgan pipetkadan quyilgan suvning massasi

Hajmi aniqlanayotgan pipetkadan quyilgan suvning haqiqiy hajmi.....

Alikvot ko'paytuvchi kolba hajmining pipetka hajmiga nisbati.....

2.2.4. KISLOTA ASOSLI TITRLASH METODI

Metodning mohiyati. Neytrallanish reaksiyasiga asoslangan barcha hajmiy aniqlashlar kislota-asosli metodga kiradi. Bu metodda biror kislotaning titrlangan eritmasidan foydalanib, ishqorlarning miqdorini yoki ishqorning titrlangan eritmasidan foydalanib, kislotalarning miqdorini aniqlash mumkin. Shuningdek, neytrallanish reaksiyasi bilan bog'liq bo'lgan boshqa hajmiy 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

tuzlarni, suvning qattiqligini, ammoniyli tuzlarni, organik birkmalar tarkibidagi azotni aniqlash va hokazo.

Kislota-asosli metodning asosiy ishchi eritmaları kislota HCl yoki H_2SO_4 va ishqor (NaOH yoki KOH) eritmasidir. Lekin bu moddalarga boshlang'ich moddalarga qo'yiladigan talablarga javob bermaydi va shuning uchun ulardan ma'lum miqdorda tortib olib titrlangan eritmalar tayyorlab bo'lmaydi. Ular eritmalarining titrini titrlash yo'li bilan aniqlanadi.

Kislotalarning titrini aniqlashda boshlang'ich modda sifatida, ko'pincha, bura $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ yoki soda Na_2CO_3 ishlatiladi.

Ishqorlarning titrini aniqlashda esa, ko'pincha, oksalat kislota $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ yoki qaxrabo kislota $H_2C_4H_4O_6$ dan foydalaniladi. Ular qayta kristallga tushirilgach, formulasiga aniq javob beradigan darajada tez holda olinadi.

Laboratoriya ishi №13

OKSALAT KISLOTANING 0,1 n BIRLAMCHI STANDART ERITMASINI TAYYORLASH VA U BILAN 0,1 N NAOH ERITMASINI STANDARTLASH

Oksalat kislotasi $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ ning ekvivalent massasi 126,07:2 ga teng, ya'ni 63,04 g. 1 l 0,1 n eritmasini tayyorlash uchun 6,304 g oksalat kislota olish kerak. 250 ml 0,1 n tayyorlash uchun esa, 4 marta kam, ya'ni $6,304:4=1,5758$ g olish kerak bo'ladi.

250 ml. 0,1000 n oksalat kislotasini tayyorlash usuli. Toza va quruq byuksga (yoki tigelga) texnik tarozida 1,6 g oksalat kislota tortib olinadi, so'ngra tarozida aniq (0,0001 g aniqlik bilan) tortiladi. 250 ml li o'lchov kolbasiga toza voronka qo'yiladi va unga byuksdagi modda solinadi. Byuksni oksalat kislota yuqi bilan yana analitik tarozida tortiladi. Kolbaning yarmigacha suv olib oksalat kislota to'la eritiladi va belgisigacha suv solib, yaxshilab aralastiriladi.

Tortish natijalari:

Byuksning oksalat kislota bilan massasig.

Byuksning oksalat kislota yuqi bilan massasig.

Oksalat kislotaning kolbadagi massasig.

Oksalat kislotaning normalligi quyidagi tenglama orqali hisoblanadi:

$$N_{H_2C_2O_4} = \frac{a \cdot 1000}{\mathcal{E}_{H_2C_2O_4} \cdot V_0}$$

a-oksalat kislota massasi;

$\mathcal{E}_{H_2C_2O_4}$ -oksalat kislotaning ekv. Massasi;

V_0 -o'lchov kolbasining hajmi;

Byuretkani tayyorlangan NaOH eritmasi bilan o`z-o`zdan 2–3 marta chayib tashlanadi va NaOH eritmasi bilan to`ldiriladi. Mor pipetkasini oksalat kislota eritmasi bilan 2–3 marta chayiladi va shu pipetka bilan oksalat kislotadan konussimon kolbaga alikvot qism olinadi, ustiga 8–10 tomchi fenolftalein eritmasidan solinadi. Byuretkadagi NaOH eritmasi bilan kolbani doimiy aralastirib turgan holda, 30 sek. davomida yo`qolmaydigan och qizg`ish rang hosil bo`lguncha titrlanadi, qayta titrlashda NaOH eritmasi rang o`zgarishiga chamasi 0,5 ml. qolganda asta-sekin tomchilatib qo`shiladi. Titrlashni kamida 3 marta takrorlanadi.

Titrlash natijalari:

Olingan oksalat kislota, ml	Sarflangan NaOH, ml
25,00
25,00
25,00
o`rtachasi

Oksalat kislotaning normalligi.....g-ekv/l

NaOH eritmasining normalligi quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$N_{NaOH} = \frac{N_{H_2C_2O_4} \cdot V_{H_2C_2O_4}}{V_{NaOH}}$$

NAZORAT ISHI №4. ERITMADAGI KISLOTA MIQDORINI ANIQLASH

Aniqlash tartibi. Kislota tortimini o'ldov kolbasiga solinadi va belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Hosil qilingan eritmaning alikvot qismini natriy gidroksidning standart eritmasi bilan titrlanadi. Titrlash natijalari va alikvot qism qiymatidan foydalanib, analiz qilinadigan namunadagi kislotaning foiz miqdori aniqlanadi.

Kerakli reagentlar: 1) natriy gidroksidning 0,1 n standart eritmasi; 2) metiloranj indikator.

Analizni bajarish usuli. Analitik tarozida bo'sh byuks qopqog'i bilan 0,0001 g aniqlikda tortiladi. Unga analiz qilinadigan kislotaning kerakli miqdorni solib, uning massasi avval texnik tarozida taxminan, so'ngra analitik tarozida aniq o'lchanadi. Byuksdagi namuna miqdoran 250 ml. li o'ldov kolbasiga o'tkaziladi va NaOH ning standart eritmasi bilan indikatorning rangi o'zgaruncha titrlanadi.

Analiz qilinadigan kislota preparatining optimal tortimini quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$Q_A = \frac{N_e \cdot \mathcal{E}_A \cdot f \cdot V_e}{1000} \text{ g} \quad (10)$$

yoki

$$Q_A = \frac{N_e \cdot \mathcal{E}_A \cdot f \cdot V_e}{10 \cdot a} \% \quad (11)$$

V_b -25 ml, N_b -titrant normalligi, E_A -aniqlanayotgan kislotaning ekvivalent massasi, f -alikvot ko'paytuvchi, Q_A -aniqlanayotgan moddaning foiz miqdori, a -analiz uchun olingan modda tortimi, Q_A ning taxminiy qiymatini analiz qilinadigan kislotaning areometrda o'lchangan zichligi bo'yicha aniqlanadi.

Tortish va tortish natijalari:

Byuksning kislota bilan massasi.....g.

Bo'sh byuksning massasi.....g.

Analiz qilinadigan kislota massasi.....g.

Ko'pincha analizni soddalashtirish maqsadida tayyor eritma beriladi. (analiz qilinadigan kislota miqdorini o'qituvchi beradi).

Olingan k-ta, ml	Sarflangan NaOH, ml
25,00
25,00
25,00
O'rtachasi

NaOH standart eritmasining normalligi.....g-ekv/l

Kislolaning ekvivalent massasi.....g.

Alikvot ko'paytuvchi f.....

Analiz natijasini quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$Q_{Kuc} = \frac{N_{NaOH} \cdot \mathcal{E}_{Kuc} f \cdot V_e}{10 \cdot a}$$

Kislolaning haqiqiy miqdori =....foiz (o'qituvchi ko'rsatadi).

Absolut xato =.... Q_{taj}-... Q_{haq}=.....

Nisbiy xato =... $Q_{taj} - Q_{haq} / Q_{haq} \cdot 100$=.....%

Analiz natijalarini matematik statistika metodlari yordamida qayta hisoblash. Analiz natijalarini matematik hisoblashni odatda quyidagi jadval shaklida beriladi:

N _o	X _i (Q _i)	\bar{X} (\bar{Q})	X _i - \bar{X} (Q _i - \bar{Q})	(X _i - \bar{X}) ² (Q _i - \bar{Q}) ²	S	Sr	Ishonchlilik chegarasi Δx
1
2
3
4

$X_i = Q_i$ - aniqlanadigan komponentning hisoblangan miqdori

$\bar{X} = \bar{Q}$ - aniqlanadigan komponentning hisoblangan miqdori-ning o'rtacha qiymati

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad \text{S-Standart chetlanish}$$

$$S_r = \frac{S}{\bar{X}} \quad \text{Sr-nisbiy standart chetlanish}$$

$$\Delta X = t_{\alpha,p} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}} \Delta X - \text{ishonchlilik chegarasi}$$

Laboratoriya ishi №14

XLORID (SULFAT) KISLOTANING TAXMINIY 0,1 n ERITMASINI TAYYORLASH

V_0 ml 0,1 n HCl eritmasini tayyorlash uchun zarur bo'lgan HCl ning dastlabki eritmasidan kerakli bo'lgan hajmini hisoblash.

Lur'e ma'lumotnomasidagi densitometrik jadvaldan HCl ning ma'lum zichlikka ega bo'lgan eritmasining ($d = \dots$ g/ml) normalligini topamiz. Suyultirish formulasiga binoan:

$$V_{\text{HCl}} \cdot N_{\text{HCl}} = V_0 \cdot 0,1 \text{ n bundan: } V_{\text{HCl}} = \frac{0,1 \text{H} \cdot V_0}{N_{\text{HCl}}}$$

(Agar foydalanilayotgan jadvalda HCl konsentratsiyasi faqat % larda berilgan bo'lsa, u holda, dastlab % konsentratsiyasini normallikka aylantirish uchun quyidagi formuladan foydalanish maqsadga muvofiqdir: $N_{\text{HCl}} = 10 \cdot \rho \cdot d / 36,46$; bunda ρ -HCl ning % konsentratsiyasi). V_{HCl} ning qiymati 0,5 foizgacha aniqlik bilan hisoblanadi.

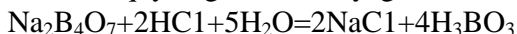
Konsentrlangan HCl $\cong 38$ foizli va zichligi $d = 1,19 \text{ g/sm}^3$ bo'lsa, yuqoridagi $N_{\text{HCl}} = 10 \cdot \rho \cdot d / 36,46$ formuladan uning normalligi hisoblanadi:

$$V_{\text{HCl}} = 0,1 \text{ n} \cdot V_0 / N_{\text{HCl}} = 0,1 \text{ n} \cdot 500 \text{ ml} / 12,4 \text{ n} = 4,03 \text{ ml}$$

Demak, 500 ml 0,1 n HCl eritmasini tayyorlash uchun konsentrlangan HCl eritmasidan menzurka yordamida taxminan 4,0 ml olib, 500 ml li o'lchov kolbasiga solinadi va chizig'igacha distillangan suv bilan suyultiriladi.

*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=381,7 g/mol ga teng. Bura HCl bilan quyidagicha reaksiyaga kirishadi:



Shuning uchun buraning gramm-ekvivalenti molekular massasining yarmiga teng:

$$\text{Ebura} = \text{Mbura} : 2 = 381,37 : 2 = 190,68$$

1,0 l 0,1 n bura eritmasini tayyorlash uchun bu tuzdan 19,068 g olish kerak. Bunday eritmadan 250 ml tayyorlash uchun esa bu massaning to'rtidan birini, ya'ni 4,7671 g olish kerak bo'ladi.

BURANING STANDART ERITMASINI TAYYORLASH USULI

Qayta kristallangan quruq bura tuzidan byuks yoki tigelga solib 4,8 g atrofida avval texnik tarozida, so'ngra analitik tarozida 0,0001 g aniqlikda tortib olinadi. 250 ml o'lchov kolbasiga voronka o'rnatilib, unga byuksdagi tuz solinadi va byuks tuz yuqi bilan yana analitik tarozida qaytadan tortiladi. Kolbaning 2/3 qismigacha issiq suv solib yana tuzni to'la eritiladi, so'ngra uy haroratigacha sovutilib yana belgisigacha suv solinadi. Hosil bo'lgan eritma aralashtiriladi.

Tortish natijalari:

Byuksning tuz bilan massasi.....g.

Byuksning tuz yuqi bilan massasi.....g.

Kolba ichiga tushgan buraning massasi.....g.

Tayyorlangan eritmaning normalligi quyidagi formula orqali

hisoblanadi:
$$N_{\text{bypa}} = \frac{a \cdot 1000}{\mathcal{E}_{\text{bypa}} V_0}$$

V_0 – o'lchov kolbasining hajmi (250 ml)

a – buraning massasi

Ebura-buraning ekvivalent massasi.

***XLORID (SULFAT) KISLOTA ERITMASINI BURANING
BIRLAMCHI STANDART ERITMASI BO‘YICHA
STANDARTLASH***

Titrlash tartibi. Toza byuretkani standartlanadigan HCl eritmasi bilan oz-ozdan olib 3 marta chayib tashlanadi va shu eritma bilan to‘ldiriladi (sharikni siqib, rezinadagi havoni chiqarishni unutmang). So‘ngra toza Mor pipetkasini 2–3 marta buraning standart eritmasi bilan chayib tashlanadi. Shu pipetka bilan bura eritmasidan alikvot qism olib konussimon kolbaga solinadi, ustiga 3–4 tomchi indikator (metiloranj) qo‘shiladi va eritma sariq rangdan qizg‘ish rangga o‘tguncha byuretkadagi HCl eritmasi bilan titrlanadi. Titrlashni kamida 3 marta takrorlanadi.

Titrlash natijalari:

Olingan bura, ml	Sarflangan HCl, ml
25,00
25,00
25,00
o‘rtachasi

Bura eritmasining normalligi.....g-ekv/l

HCl eritmasining normalligini hisoblash: HCl eritmasining normalligi $N_1V_1 = N_2V_2$ formula orqali hisoblanadi.

0,1 n natriy gidroksid eritmasini tayyorlash

Tarkibida soda tutmagan 0,1 n natriy gidroksid eritmasini olish uchun, uning 50 foizli eritmasini oldindan tayyorlab qo‘yiladi. Bunday eritmada soda erimaydi va to‘la cho‘kmaga tushadi.

50 % li NaOH eritmasini tayyorlash usuli: 75 g “analiz uchun toza” NaOH ni 75 ml. distillangan suvda eritiladi. Hosil bo‘lgan eritmani sig‘imi 150-200 ml li ingichka silindrga solinadi, tiqin bilan berkitiladi va 5–7 kunga qo‘yib qo‘yiladi, bunda sodaning hammasi cho‘kadi va eritma tiniq bo‘lib qoladi.

V0 (500 ml) ml 0,1 n NaOH eritmasini tayyorlash uchun zarur bo‘ladigan 50 % li NaOH hajmini hisoblash. 50 foizli NaOH

eritmasining normalligi 18 n ga teng. Bunday eritmaning kerak bo'lgan hajmi quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$18 \cdot V_{50\%} = 0,1 \cdot V_0 \quad V_{50\%} = \frac{0,1 \cdot V_0}{18} = \frac{0,1 \cdot 500}{18} = 2,78_{ml}$$

Demak, 500 ml 0,1 n NaOH eritmasini tayyorlash uchun uning 50 foizli eritmasidan 500 ml li saqlash kolbasiga 3,0 ml olib, 477 ml distillangan suv qo'shiladi, idish tiqin bilan berkitiladi va yaxshilab aralashtiriladi.

NAZORAT ISHI №5. **TEXNIK NATRIY GIDROKSIDDAGI NATRIY** **GIDROKSID VA SODA MIQDORINI ANIQLASH**

Aniqlash tartibi. Tarkibida natriy gidroksid va soda tutgan eritmani kislotaning standart eritmasi bilan fenolftalein indikatorini ishtirokida titrlanadi. Ekvivalent nuqtada gidroksil ionlari to'la titrlanadi, karbonat ionlari esa bikarbonat ionlarigacha titrlanadi. So'ngra titrlashni shu eritmaning o'ziga metiloranj indikatorini qo'shib davom ettiriladi. Bunda bikarbonat karbonat kislotagacha titrlanadi. Birinchi va ikkinchi ekvivalent nuqtada sarflangan titrant miqdoridan ikkala komponentning konsentratsiyalari hisoblanadi.

Kerakli reagentlar: 1) xlorid kislotaning 0,1000 n standart eritmasi; 2) fenolftalein va metiloranj indikatorlari.

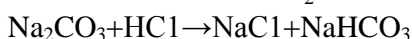
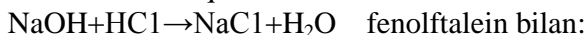
Analizni bajarish tartibi. Byuks qopqog'i bilan analitik tarozida tortiladi, so'ngra unga NaOH ning hisoblangan miqdori solinadi va qopqog'i berkitilib yana analitik tarozida tortiladi. Byuksdagi NaOH ni voronka yordamida miqdoran 250 ml li o'lchov kolbasiga o'tkaziladi. Eritma kolbaning belgisigacha suv solib suyultiriladi va aralashtiriladi. Bunda foydalaniladigan distillangan suv biroz qaynatilib undan CO₂ chiqarib yuborilishi va uy haroratigacha sovutilgan bo'lishi kerak.

Hosil qilingan eritmadan pipetka yordamida alikvot qism olib titrlash kolbasiga solinadi, ustiga 8–10 tomchi fenolftalein qo'shib HCl standart eritmasi bilan qizil rang yo'qolguncha titrlanadi.

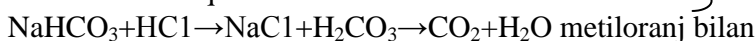
Sarflangan HCl miqdorini byuretka ko'rsatkichidan yozib olinadi, rangsiz eritmaga 3–4 tomchi metiloranj indikatorini qo'shiladi va byuretkani to'ldirmasdan eritma sariq rangdan qizg'ish rangga o'tguncha titrlash davom ettiriladi va byuretkaning keyingi ko'rsatkichi yozib olinadi.

Ekvivalent nuqtalarda quyidagi reaksiyalar ketadi:

1-ekvivalent nuqtada



2-ekvivalent nuqtada



Natriy gidroksidning kerakli tortimi yuqoridagi formula (11) yordamida hisoblanadi.

Tortish natijalari:

Byuks va NaOH namunasi massasi.....g.

Bo'sh byuks massasi.....g.

Namuna massasi.....g.

Analiz uchun tayyor eritma berilsa, namuna masasini o'qituvchi ko'rsatadi.

Titrlash natijalari quyidagi jadvalga yoziladi, jadvalning oxirgi ikkita vertikal qatoridagi natriy gidroksid va soda uchun sarflangan HCl miqdori (ml) esa quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$V_{i\text{HCl}(\text{Na}_2\text{CO}_3)} = [V_{i\text{HCl}(M-O)} - V_{i\text{HCl}(\Phi-\Phi)}] \cdot 2 = \dots\dots$$

$$V_{i\text{HCl}(\text{NaOH})} = V_{i\text{HCl}(M-O)} - V_{i\text{HCl}(\text{Na}_2\text{CO}_3)}$$

NaOH ning ekvivalent massasi =40,00 ga

Na₂CO₃ ning ekvivalent massasi =53,00 ga teng.

Olingan kontrol eritma, V, ml	F-f bilan titrlashda sarflangan $V_{i\text{HCl}}$	M-o bilan titrlashda sarflangan $V_{i\text{HCl}}$	NaOH ni titrlashda sarflangan HCl	Sodani titrlashda sarflangan HCl
25,00
“-“
“-“

Analiz natijalarini (10) yoki (11) formulalar orqali hisoblanadi.

NAZORAT ISHI №6.

AMMONIY TUZI TARKIBIDAGI AMMIK MIQDORINI ANIQLASH

Aniqlash tartibi. Ammoniy tuzlari eritmasiga mol miqdorda formaldegid qo‘shiladi. Reaksiya natijasida ekvivalent miqdorda vodorod ionlari va geterotsiklik birikma-urotropin hosil bo‘ladi.



Hosil bo‘lgan vodorod ionlarini natriy gidroksidning standart eritmasi bilan titrlanadi. Urotropin kuchsiz asos xossaga ega ($K=1,4 \cdot 10^{-9}$) bo‘lganligi tufayli, ekvivalent nuqtada eritmaning muhiti taxminan $\text{pH}=9$ ga teng bo‘ladi. Shuning uchun indikator sifatida fenolfaleindan foydalanish maqsadga muvofiqdir.

Kerakli reagentlar: 1) natriy gidroksidning 0,1 n standart eritmasi; 2) formaldegidning 40 % li eritmasi; 3) fenolfalein indikator.

Analizni bajarish tartibi. Texnik tarzi bilan byuksda ammoniy tuzining kerakli miqdori (tuzning tabiatiga qarab 1,5–3,0 g gacha) tortib olinadi, so‘ngra esa byuks tuz bilan analitik tarozida aniq tortiladi. Byuksdagi tuzni quruq voronka orqali 250 ml li o‘lchov kolbasiga solinadi va byuks tuz yuqi bilan yana analitik tarozida tortiladi. Voronkadagi tuzni distillangan suv bilan o‘lchov kolbasiga to‘liq o‘tkaziladi. Tuzni to‘la eritib bo‘lgach, belgisigacha suv bilan suyultiriladi va aralastiriladi.

Tortish natijalari:

Byuksning tuz bilan massasi.....g.

Byuksning tuz yuqi bilan massasi.....g.

Kolbadagi tuzning massasi.....g.

Titrlash kolbasiga menzurka yordamida 5 ml 40 % li formaldegid solinadi, ustiga 3–4 tomchi fenolfalein qo‘shiladi va 0,1 n NaOH eritmasi bilan och qizil rangga kirguncha neytrallanadi. Neytarallangan eritmaga pipetka yordamida tayyorlangan ammoniy tuzi eritmasidan 25,00 ml solinadi va aralastirib, 3–4 minutdan 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 o‘rtacha natija olinadi.

Titrlash natijalari:

Tuz eritmasi, ml	Sarflangan NaOH, ml
25,00
25,00
25,00
O'rtachasi

Natriy gidroksidning normalligi.....n.

Alikvot ko'paytuvchi f....

Ammiakning ekvivalent massasi

$$\mathcal{E}_{NH_3} = 17,03 \text{ g/mol}$$

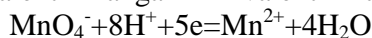
Ammiakning o'rtacha miqdori formula (11) orqali topiladi.

Agar, ammiakning namunadagi foiz miqdori ammoniying birorta tuzidagi foiz miqdoriga yaqin kelsa yoki aynan bir xil bo'lsa, kontrol tuz formulasi to'g'risida ma'lum bir xulosaga kelinadi. Nazorat ishidagi ammiakning foiz miqdorini o'qituvchidan bilib, analizning absolut va nisbiy xatolari topiladi.

2.2.4. OKSIDLANISH-QAYTARILISH METODLARI. PERMANGANATOMETRIYA

Metodning mohiyati. Permanganometriya metodi permanganat ioni bilan qaytaruvchilarni oksidlash reaksiyalariga asoslangan. Oksidlashni kislotali muhitda ham, ishqoriy (yoki neytral) muhitda ham olib borish mumkin.

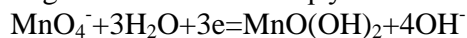
A) Agar oksidlash kislotali muhitda olib borilsa, $KMnO_4$ tarkibidagi yetti valentli mangan ikki valentlikka qaytariladi:



Demak, $KMnO_4$ ning bu reaksiyadagi gramm-ekvivalenti

$$\mathcal{E}_{KMnO_4} = M:5 = 158,04:5 = 31,61 \text{ g ga teng.}$$

B) agar oksidlanish ishqoriy (yoki neytral) muhitda olib borilsa yetti valentli mangan to'rt valentlikka qaytariladi:



Lekin MnO_4^- / Mn^{2+} juftining standart oksidlanish potentsiali (1,51v) MnO_4^- / MnO_2 juftining standart oksidlanish potentsiali

(0,59v) ga qaraganda ancha kattadir, ya'ni KMnO_4 ning kislotali muhitdagi oksidlash aktivligi ishqoriy muhitdagi aktivligiga qaraganda juda kattadir. Shuning uchun ham hajmiy analizda oksidlash kislotali muhitda olib boriladi.

Laboratoriya ishi №15

Kaliy permanganatning 0,05 n eritmasini tayyorlash va uni normalligini oksalat kislotasi eritmasi bilan standartlash

Kaliy permanganatning 500 ml 0,05 n eritmasini tayyorlash uchun uning n%-li eritmasidan zarur bo'lgan hajmini hisoblash. Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari kislotali muhitda olib borilganda, KMnO_4 ning ekvivalent massasi mol massasining 1/5 qismi ($158,04:5=31,61$ g) ga to'g'ri keladi. 1,0 l 0,05 n KMnO_4 eritmasini tayyorlash uchun $3,16162=1,58$ g, 500 ml tayyorlash uchun esa $1,58:2=0,79$ g quruq tuz kerak bo'ladi. KMnO_4 ning n%-li eritmasidan zarur bo'lgan hajm quyidagi proporsiyadan topiladi:

$$n:100 = 0,79:V_x V_x = \frac{100 \cdot 0,79}{n} = \dots \text{ml.}$$

KMnO_4 tuzini birlamchi standart sifatida ishlatib bo'lmaydi. Shuning uchun uning n%-li eritmasi shu ishni boshlashdan kamida 7–10 kun avval tayyorlab qo'yiladi va shisha tigel yordamida MnO_2 dan ajratib olinadi.

0,05 n li 500 ml eritmasini tayyorlash usuli. KMnO_4 ning 0,05 n li standart eritmasini saqlash kolbasiga V_x ml n%-li eritmasidan menzurka yordamida olinadi va uning ustiga $(500 - V_x)$ ml distir-lagan suv solinadi. Hosil bo'lgan eritmani 2–3 minut qaynatiladi (distillangan suv tarkibidagi organik moddalar oksidlanishi uchun). Tayyorlangan eritmani qaynatish o'rniga 2–3 kun qo'yib qo'yish mumkin.

*OKSALAT KISLOTANING 0,05 n BIRLAMCHI
STANDART ERITMASINI TAYYORLASH*

Oksalat kislotasining 250 ml 0,05 n standart eritmasini tayyorlash uchun kerak bo'lgan tortimni hisoblash. Oksalat ioni quyidagi tenglama bo'yicha oksidlanadi: $C_2O_4^{2-} - 2e^- = 2CO_2$. Demak, oksalat kislotaning $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ ekvivalent massasi uning mol massasining yarmiga teng: $126,06:2=63,03$ g. 1000 ml 0,05 n eritmasini tayyorlash uchun $63,03 \cdot 0,05=3,1515$ g, 250 ml tayyorlash uchun esa to'rt marta kam, ya'ni $3,1515:4=0,7879$ g oksalat kislota olish kerak bo'ladi.

Standart eritmani tayyorlash usuli. Texnik tarozida byuks bilan 0,8 g atrofida oksalat kislota tortib olinadi, so'ngra uni analitik tarozida aniq tortiladi. Byuksdagi oksalat kislotani voronka yordamida 250 ml li o'lchov kolbasiga solinadi. Byuksni oksalat kislota yuqi bilan yana analitik tarozida tortiladi. Voronkadagi qolgan kislotani yuvgich yordamida yuvib kolbaga tushiriladi. Kislota to'la erib bo'lgach, kolbaning belgisigacha suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi. Kolbadagi kislotaning miqdorini massalar farqidan topiladi.

Tortish natijalari:

Byuks bilan kislotaning massasi –g.

Byuksning kislota yuqi bilan massasi –g.

Kolbadagi kislotaning massasi –g.

Tayyorlangan eritmaning normalligi quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$N_{H_2C_2O_4} = \frac{a \cdot 1000}{\vartheta_{H_2C_2O_4} \cdot 250}$$

*OKSALAT KISLOTANING STANDART ERITMASI BO 'YICHA
KALIY PERMANGANT ERITMASINI STANDARTLASH*

Standartlash prinsipi. Standartlash miqdoran va stexiometrik boradigan reaksiyaga asoslangan:



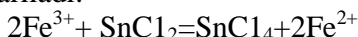
Standartlash metodikasi. Titrlash kolbasiga menzurka yordamida 20 ml 2 n sulfat kislota solinadi, taxminan shuncha miqdor suv qoʻshiladi va qaynaguncha qizdiriladi. Soʻngra issiq eritmaga pipetka yoradamida oksalat kislotaning standart eritmasidan alikvot qism olinadi va kaliy permanganat eritmasi yordamida yoʻqolmaydigan och qizil rang hosil boʻlguncha titrlanadi. Titrlashni kamida uch marta takrorlanadi.

KMnO₄ eritmasining normalligi $N_1V_1=N_2V_2$ formula boʻyicha hisoblanadi:

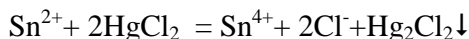
$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{KMnO}_4}}$$

NAZORAT ISHI №7: ERITMA TARKIBIDAGI TEMIR(III) MIQDORINI ANIQLASH

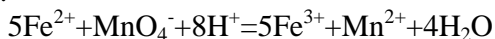
Ishning mohiyati. Qotishma yoki ruda tortimi H₂SO₄ yoki HCl da eritiladi. Eritmadagi temir(III) ionlari qalay(II) xlorid tuzi bilan qizdirib qaytariladi:



Qaytaruvchi Sn (II) ning ortiqcha miqdori HgCl₂ yordamida yoʻqotiladi



Eritma ustiga himoyalovchi aralashma (Simmerman-Reyngardt aralashmasi: MnSO₄, H₂SO₄ va H₃PO₄) qoʻshib byuretkadagi KMnO₄ eritmasi bilan titrlanadi. Bunda reaksiya quyidagi yoʻnalishda boradi:



Kerakli reagentlar: 1) 0,05 n KMnO₄ eritmasi; 2) konsentrlangan HCl; 3) qalay (II) xlorid eritmasi; 4) Cl₂ ning 10%-li eritmasi; 5) Simmerman-Reyngardt himoyalovchi aralashmasi.

Analizning bajarilish usuli. Qotishma yoki rudaning tortimini olishda, uning tarkibidagi temirning miqdori 0,2-0,6 g boʻlishini hisobga oling. Tortimni sulfat yoki xlorid kislota qizdirib eritiladi. Hosil boʻlgan eritmani 250 ml oʻlchov kolbasiga

hammasini to'la o'tkaziladi, belgisigacha suv bilan suyultiriladi va aralastiriladi. 0,5 l li titrlash kolbasiga alikvot qism olib ustiga 5 ml konts. HCl qo'shiladi va deyarli qaynaguncha isitiladi. Issiq eritma ustiga tomchilatib SnCl₂ eritmasi qo'shiladi va aralastirib turiladi. Bu jarayon eritma rangsizlanguncha davom ettiriladi va yana bir tomchi SnCl₂ qo'shiladi (ortiqcha miqdorda qaytaruvchi qo'shmang). Rangsiz eritmani vodoprovod jo'mragi ostida tezgina sovitib, ustiga taxminan 100 ml gacha distillangan suv, 15 ml HgCl₂ qo'shiladi va aralastiriladi. Agar, aralashma to'g'ri tayyorlangan bo'lsa, u holda ozgina oq cho'kma Hg₂Cl₂ hosil bo'lishi kerak. (Agar cho'kma tushmasa yoki qoramtir bo'lsa, u holda, analizni qaytadan bajarish kerak). Eritmadan cho'kmani ajratmay ustiga taxminan 200 ml suv va 8–10 ml himoyalovchi eritma qo'shib, byuretkadagi KMnO₄ bilan och malina rang hosil bo'lguncha titrlanadi. Rang 10-15 sek. davomida yo'qolmasligi kerak. Titrlashni kamida uch marta takrorlanadi. Titrlash natijalari jadval ko'rinishida yoziladi va temirning miqdori (10) yoki (11) formula orqali topiladi.

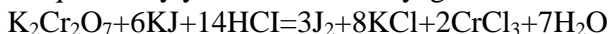
2.2.5. YODOMETRIYA

Hajmiy analizning yodometrik metodi erkin yodning yodid ionlariga va aksincha, yodid ionlarining erkin yodga aylanishi bilan bog'liq bo'lgan quyidagi oksidlanish-qaytarilish jarayonlariga asoslangan:



Yodometriya metodi yordamida oksidlovchilarni (ular J⁻ ionlarini erkin yodgacha oksidlaydilar) ham, qaytaruvchilarni (ular J₂ ni 2J⁻ ionigacha qaytaradilar) ham aniqlash mumkin.

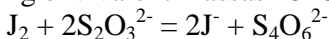
Oksidlovchilarni yodometrik titrlashda bilvosita metod, chunonchi almashtirish metodi qo'llaniladi. Oksidlovchi kislotali muhitda ortiqcha kaliy yodid bilan reaksiyaga kirishadi. Masalan,



Bunda oksidlovchining g-ekv. soni ajralib chiqqan yodning g-ekv. soniga teng bo'ladi. Ajralib chiqqan yod natriy tiosulfatning titrini aniqlashda kaliy bixromat birlamchi standart modda bo'lib xizmat qiladi.

NATRIY TIOSULFATNING 0,05 n ERITMASINI TAYYORLASH

Natriy tiosulfatning 500 ml 0,05 n eritmasini tayyorlash uchun kerak bo'lgan miqdorini hisoblash. Natriy tiosulfatning erkin yod bilan reaksiyasida uning ekvivalent massasi 348,2 g ga teng:



Demak, 1,0 l 0,05 n eritma tayyorlash uchun $248,2 \cdot 0,05 = 12,41$ g, 500 ml. tayyorlash uchun esa, $12,41:2 = 6,205$ g tuz kerak bo'ladi. Odatda, laboratoriyada natriy tiosulfatning 5 yoki 10%-li eritmasi tayyor holda bo'ladi. Masalan, 5%-li eritmadan qancha olish kerakligini hisoblanadi: $100:5 = x:6,205$. bundan $x = 124,1$ ml.

0,05 n eritmani tayorlash usuli. Standart eritmani saqlash kolbasiga 124 ml 5%-li natriy tiosulfat eritmasidan olib ustiga 376 ml. distillangan suv qo'shiladi va aralashtiriladi.

KALIY BIXROMATNING 0,05 n BIRLAMCHI STANDART ERITMASINI TAYYORLASH

Kaliy bixromat kaliy yodidi bilan reaksiyaga kirishganda o'ziga 6 ta elektron oladi, ya'ni $Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ + 6e = 2Cr^{3+} + 7H_2O$ u holda $K_2Cr_2O_7$ gramm-ekvivalenti.

$$\mathcal{E}_{K_2Cr_2O_7} = \frac{M}{6} = \frac{294,2}{6} = 49,03e$$

1,0 l 0,05 n eritma tayyorlash uchun $49,03 \cdot 0,05 = 2,4515$ g, 250 ml. tayyorlash uchun esa to'rt marta kam, ya'ni $2,4515:4 = 0,6129$ gramm kaliy bixromat tuzi kerak bo'ladi.

Odatdagi metodikaga muvofiq, analitik tarozida kaliy bixromatdan aniq miqdorda tortib olinadi; uning hammasini 250 ml li o'lchov kolbasiga solinadi va suvda eritib, kolbaning belgisi-gacha suv qo'shilgandan keyin, hosil qilingan eritmani yaxshilab aralashtiriladi. Tayyorlangan eritmaning normalligi hisoblanadi.

Laboratoriya ishi №16

NATRIY TIOSULFAT ERITMASINI KALIY BIXROMATNING BIRLAMCHI STANDART ERITMASI BO‘YICHA STANDARTLASH

Titrlash kolbasiga kaliy bixromatning standart eritmasidan pipetka yordamida alikvot qism olib, ustiga menzurka bilan 15 ml 2 n H_2SO_4 yoki HCl va 10-15 ml 10%-li kaliy yodid eritmasi qo‘shiladi. Kolbani soat oynasi bilan berkitib, qorong‘i joyda oksidlanish-qaytarilish reaksiyasi oxirigacha yetishi uchun 5 min saqlanadi. So‘ngra kolbaga 200 ml ga yaqin suv solib, ajralib chiqqan yodni standartlanadigan natriy tiosulfat eritmasi bilan to‘q qo‘ng‘ir rangli eritma och sarg‘ish rangga kirguncha titrlanadi va ustiga 3–5 ml kraxmal eritmasi qo‘shib, eritmaning havo rangi och yashil rangga kirguncha titrlash davom ettiriladi.

Titrlash 3–4 marta takrorlanadi. Bunda titrlashga sarf bo‘lgan tiosulfat hajmining farqi 0,1 ml dan oshmasligi kerak.

Titrlash natijalari:

Olingan bixromat eritmasi, ml	Sarflangan tiosulfat
25,00
25,00
25,00
O‘rtachasi

Kaliy bixromatning normalligi ...n.

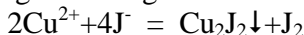
Natriy tiosulfat eritmasining normalligi quyidagi formula asosida hisoblanadi:

$$N_{Na_2SO_3} = \frac{N_{K_2Cr_2O_7} \cdot V_{K_2Cr_2O_7}}{V_{Na_2SO_3}}$$

NAZORAT ISHI №8:

RUDA YOKI TUZLAR ARALASHMASIDAGI MIS MIQDORINI ANIQLASH

Metodning mohiyati. Metod yodid ionlarining mis ionlari bilan oksidlanish reaksiyasiga asoslangan:



Ajralib chiqqan yodni natriy tiosulfatning standart eritmasi bilan titrlanadi. Ajralib chiqqan yodning miqdori misning miqdoriga ekvivalent bo'lganligi tufayli, sarflangan titrantning (natriy tiosulfatning) miqdori asosida to'g'ridan-to'g'ri eritmadagi misning massasini aniqlash mumkin.

Kerakli reagentlar: 1) natriy tiosulfatning standart eritmasi, 2) 2 n li sulfat kislota, 3) 10%-li kaliy yodid eritmasi, 4) kraxmal eritmasi.

Analizni bajarish usuli. Analiz qilinadigan namunadan, ma'lum miqdor analitik tarozida tortib olinadi va nitrat kislodata eritiladi. Eritmadagi kislotaning ortiqcha miqdorini bug'latib yo'qotiladi, suv bilan suyultiriladi va eritmani qaynatib, azot oksidlari uchirib yuboriladi. So'ngra eritma o'lchov kolbasiga miqdoran o'tkaziladi, belgisigacha suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi. Titrlash kolbasiga pipetka yordamida alikvot qism olinadi, ustiga 3 ml 2 n sulfat kislota va 20 ml 10%-li kaliy yodid eritmasi qo'shiladi, so'ngra mis (I) yodid cho'kmasi bor qo'ng'ir rangli eritmani natriy tiosulfatning standart eritmasi bilan och-sarg'ish rangga kirguncha titrlanadi. So'ngra 5 ml kraxmal eritmasi qo'shib, eritmani havo rangdan och pushti rangga kirguncha titrlashni davom ettiriladi. Agar analiz qilinayotgan eritmada temir (III) ionlari bo'lsa, KJ qo'shishtan oldin 3 g ammoniy ftorid qo'shib rangsiz kompleksga bog'lash zarur.

Analiz qilinadigan namunaning kerakli tortimini hisoblash uchun quyidagi formuladan foydalaniladi:

$$Q_{\text{Cu}} = \frac{N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot \mathcal{E}_{\text{Cu}} \cdot f}{10 \cdot a}$$

Formulaga misning namunadagi miqdoriga yaqin qiymatni hamda N, V, $V_{\text{Cu}}=25$ ml qo'yib namunaning tortimi hisoblanadi.

Laboratoriya ishi №17

EDTANING TAXMINIY 0,05 n ERITMASINI TAYYORLASH VA RUXNING STANDART ERITMASI BILAN STANDARTLASH

EDTA ning kationlar bilan kompleks hosil qilish reaksiyalaridagi ekvivalent massasi molekular massasining yarmiga teng:

$$\text{EDTA} = M/2 = 372,2:2 = 186,1 \text{ g/ekv}$$

1,0 l 0,05 n eritma tayyorlash uchun $186,1 \cdot 0,05 = 9,305$ g EDTA, 500 ml tayyorlash uchun esa, $9,305 \cdot 500 / 1000 = 4,653$ g EDTA olish kerak bo'ladi.

EDTA eritmasini tayyorlash usuli. EDTA ning hisoblangan tortimini texnik tarozida tortib olib, eritma saqlash kolbasiga solinadi, ustiga 500 ml distillangan suv quyiladi va to'la eriguncha aralashtiriladi. Agar laboratoriyada EDTA ning yuqori konsentrat-siyali eritmasi tayyor holda bo'lsa, unda suyultirilib tayyorlash ham mumkin.

Ruxning birlamchi standart eritmasini rux metallidan tayyorlash

Ruxning kerakli tortimini hisoblash. Ruxning EDTA bilan reaksiyasidagi ekvivalent massasi mol massasining yarmiga, ya'ni $65,37:2 = 32,69$ g/ekv ga teng. Demak, 250 ml 0,05 n rux eritmasini tayyorlash uchun rux metallidan $32,69 \cdot 0,05:4 = 0,4086$ g olish kerak bo'ladi.

Eritmani tayyorlash usuli. "Kimyoviy toza" Rux metalli granulalaridan texnik tarozida 0,4-0,5 g oraliq'idagisini tanlab, so'ngra analitik tarozida aniq tortib olinadi. Tortimni 250 ml li o'lchov kolbasiga solinadi, ustiga, 5-6 ml kons. HCl va 5 ml suv quyiladi. Ruxning hammasi erib bo'lgach, kolbaning belgisigacha suv solib aralashtiriladi.

Rux eritmasining normalligi quyidagi formula yordamida hisoblanadi.

$$N_{Zn} = \frac{m_{Zn} \cdot 100}{32,69 \cdot 250} m_{Zn} - \text{ruxning massasi}$$

*Ruxning birlamchi standart eritmasi
yordamida EDTA eritmasini standartlash*

Standartlash usuli. Titrlash kolbasiga ruxning standart eritmasidan alikvot qism olinadi, ustiga 20 ml pHi 11 bo‘lgan amiakli bufer aralash va ozroq 0,1%-li erioxrom qorasi indikator qo‘shiladi (odatda 0,1%-li erixrom qorasi osh tuzi bilan aralashtirib tayyorlanadi). So‘ngra hosil bo‘lgan eritmani standartlanadigan EDTA eritmasi bilan qizil-vino rangidan ko‘k (havo) rangga kirguncha titrlanadi. Ekvivalent nuqta yaqin qolganda juda sekinlik bilan tomchilatib titrlash zarur.

Titrlash natijalari:

Rux eritmasi, ml	Sarflangan EDTA, ml
25,00
25,00
25,00
O‘rtachasi

Rux eritmasi normalligi =ekv/l.

EDTA eritmasining normalligi quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$N_{\text{EDTA}} = \frac{N_{Zn} \cdot V_{Zn}}{V_{\text{EDTA}}} = \dots\dots H$$

NAZORAT ISHI №9.

ERITMADAGI METALL IONLARI MIQDORINI KOM- PLEKSONOMETRIK ANIQLASH

Metodning mohiyati. Aniqlash metall kationini EDTA ning standart eritmasi yordamida pH 10-11 bo‘lganda metalloxrom indikator-erioxrom qorasi ishtirokida titrlashga asoslangan.

Titrlashga ishqoriy metallar, ammoniy, kumush, talliy (I) kationlari halaqit bermaydi. Boshqa kationlarning halaqit beruvchi ta'siri tegishli reagentlar yordamida bartaraf qilinadi.

Kerakli reagentlar: 1) EDTA ning 0,05 n standart eritmasi, 2) ammiakli bufer aralashma, 3) 1%-li erioxrom qorasining osh tuzidagi aralashmasi.

Analizni bajarish usuli. Analiz qilinadigan namunaning kerakli tortimini 250 ml li o'lov kolbasiga solinadi, suvda yoki suyultirilgan HCl da eritiladi, belgisigacha suv solib aralastiriladi va titrlash kolbasiga alikvot qism olib titrlanadi. Titrlash xuddi EDTA ni standartlashdagi kabi bajariladi (yuqoridagi ishga qarang).

Tortish natijalari:

Byuksning analiz qilinadigan modda bilan massasi –g.

Bo'sh byuksning massasi –g.

Tortim –g.

(agar analiz uchun tayyor eritma berilsa, u holda tortim massasini o'qituvchi ko'rsatadi).

Titrlash natijalari:

Aniqlanayotgan metal eritmasi, ml	Sarflangan EDTA, ml
25,00
25,00
25,00
O'rtachasi

EDTA eritmasining normalligi –g.

Aniqlanadigan metalning ekvivalent massasi–g

Alikvot ko'paytuvchi f –

Analiz natijasi (10) yoki (11) formula orqali hisoblanadi. Analiz natijalarini statistik qayta hisoblash odatdagi sxema bo'yicha amalga oshiriladi.

NAZORAT ISHI №10.

ALUMINIY MIQDORINI KOMPLEKSONOMETRIK METODI BILAN BILVOSITA TITRLAB ANIQLASH

Metodning mohiyati. Aluminiy ionlari EDTA eritmasi bilan to'g'ridan to'g'ri titrlab bo'lmaydi, chunki bunda kompleks hosil bo'lish reaksiyasi juda sekin ketadi. Shuning uchun bilvosita titrlash usulidan foydalaniladi. Analiz qilinayotgan eritmaga ortiqcha miqdorda EDTA standart eritmasidan solinadi va reaksiyani tezlatish uchun suv hamomida qizdiriladi. Eritmani sovutib, EDTA ning ortiqcha miqdorini ruxning standart eritmasi bilan titrlanadi. Aluminiyning EDTA bilan reaksiyasi quyidagi tenglama bo'yicha boradi:



Kerakli reagentlar: 1) EDTA ning standart eritmasi, 2) ruxning standart eritmasi, 3) atsetatli bufer aralashma pH = 5–6, 4) to'q sariq ksilenol indikator.

Analizni bajarish usuli. Analiz qilinadigan namunaning kerakli tortimini 250 ml li o'lchov kolbasiga miqdoran o'tkazib, suyultirilgan HCl da eritiladi, belgisigacha suv bilan suyultiriladi va aralastiriladi. Eritmadan alikvot qism olib titrlash kolbasiga solinadi, ustiga 40 ml EDTA ning standart eritmasidan qo'shiladi va qaynab turgan suv hammomida 5 min qizdiriladi. So'ngra menzurka yordamida 25 ml atsetatli bufer aralashma qo'shiladi va qizdirishni yana 5 min davom ettiriladi. Eritma xona haroratigacha sovutilgach, ustiga indikatorning natriy xlorid bilan aralashmasidan ozgina miqdorda qo'shiladi va ruxning standart eritmasi yordamida titrlanadi. Eritma ekvivalent nuqtada sariq rangdan qizg'ish binafsha ranga o'tadi.

Tortish natijalari:

Titrlash uchun olingan eritma miqdori, ml	qo'shilgan EDTA, ml	Sarflangan ZnCl ₂ , ml
25,00	40,00
25,00	40,00
25,00	40,00
o'rtachasi		

EDTA eritmasining normalligi –g-ekv/l.

Rux eritmasining normalligi –g/ekv.

Alikvot ko'paytuvchi f –

Analiz natijalarini quyidagi tenglama asosida hisolanadi:

$$Q_{Al} = \frac{(N_{TP} \cdot V_{TP} - N_{Zn} \cdot V_{Zn}) \cdot \mathcal{E}_{Al} \cdot f}{1000} \quad \text{yoki}$$

$$Q_{Al} = \frac{(N_{TP} \cdot V_{TP} - N_{Zn} \cdot V_{Zn}) \cdot \mathcal{E}_{Al} \cdot f}{10 \cdot a} \%$$

Aluminiyning ekvivalent massasi EDTA bilan reaksiyasida molekular massasining yarmiga, ya'ni $26,98:2=13,49$ g ga teng.

Aluminiyning haqiqiy miqdori = ..(o'qituvchi ko'rsatadi).

Absolut xato

Nisbiy xato

Analiz natijalarini statistik qayta hisoblash odatdagi sxema bo'yicha amalga oshiriladi.

2.2.7. TITRIMETRIK ANALIZNING TITRLAB CHO'KTIRISH METODI

Metodning mohiyati. Cho'ktirish metodi, titrlashda biror qiyin eriydigan birikmalar hosil bo'ladigan reaksiyalarni qo'llashga asoslangan. Bizga juda ko'p bunday reaksiyalar ma'lum bo'lsa ham, titrimetrik analizda ularning ba'zilaridagina foydalanish mumkin, chunki bu metodda quyidagi qator shartlarga rioya qilinishi kerak:

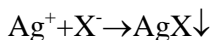
A) cho'kma amalda erimaydigan bo'lishi lozim;

B) cho'kma yetarli darajada tez tushishi kerak (ya'ni o'ta to'yingan eritmalarning hosil bo'lishi yuz bermasligi kerak);

V) adsorbsiya (birga cho'kish) hodisalari titlash natijalariga salbiy ta'sir ko'rsatmasligi kerak;

G) titrlashda ekvivalent nuqtani belgilab olish uchun imkoniyat bo'lishi kerak.

Bu talablar titrimetrik analizda qo'llanishi mumkin bo'lgan reaksiyalar sonini kamaytirib yuboradi. Kumushning qiyin eriydigan tuzlarni quyidagi tenglama bo'yicha cho'ktirish reaksiyalariga asoslangan metodlar:

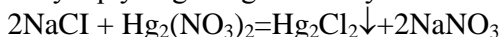


Ayniqsa, muhim ahamiyatga ega. Bu yerda, X^- bilan Cl^- , Br^- , I^- , CNS^- va boshqa anionlar ko'rsatilagan.

Bu reaksiyaga asoslangan metodlar titrimetrik analizning argentometriya deb ataladigan alohida bo'limini tashkil etadi. Shu bilan bir qatorda galogenlarni bir valentli simob ioni bilan cho'ktirishga asoslangan merkurometriya metodi, ikki valentli simob ioni bilan kam dissotsilanuvchi birikma hosil qilishga asoslangan merkurimetriya va ba'zan cho'ktirishning boshqa metodlaridan ham foydalaniladi.

XLORIDLARNI MERKUROMETRIK USULDA ANIQLASH

Metodning mohiyati. Xloridlarni merkurometrik usulda aniqlashda ularning eritmalarini simob (I) nitrat eritmasi bilan titrlanadi. Reaksiya quyidagi tenglama bo'yicha ketadi:



Indikator sifatida difenilkarbazon deb ataladigan organik reaktiv eritmasidan foydalaniladi. Bunda ekvivalent nuqtani aniqlash ortiqcha miqdordagi Hg_2^{2+} ionlari bilan difenilkarbazon nitrat kislotaning 6 n li eritmasida eriydigan ko'k rangli cho'kma hosil qilishiga asoslangan.

Laboratoriya ishi №18

KALIY XLORIDNING 0,05 n BIRLAMCHI STANDART ERITMASINI TAYYORLASH

Kaliy xloridning zarur bo'lgan tortimini hisoblash. Kaliy xloridning simob (I) ionlari reaksiyasida ekvivalent massasi molyar massaga, ya'ni 74,56 g ga teng. 1,0 l 0,05 n eritma tayyorlash uchun uning tuzidan $74,56 \cdot 0,05 = 3,728$ g olish kerak. 250 ml 0,05 n eritma tayyorlash uchun esa, to'rt marta kam, ya'ni $3,728 : 4 = 0,9320$ g olish kerak bo'ladi.

Eritmani tayyorlash usuli. 0,9-1,0 g atrofida "kimyoviy toza" kaliy xlorid tuzini byuksga solib analitik tarozida tortiladi.

Byuksdagi tuzni 250 ml li o'lov kolbasiga toza va quruq voronka orqali solinadi va byuksni tuz yuqi bilan yana analitik tarozida tortiladi. Voronka devorlaridagi tuzni yuvgich yordamida o'lov kolbasiga yuvib tushiriladi, tuz to'la erib bo'lgach, kolbaning belgisigacha suv bilan suyultiriladi va yaxshilab aralashtiriladi.

Tortish natijalari:

Byuksning tuz bilan massasi –g.

Byuksning tuz yuqi bilan massasi –g.

Kaliy xlorid tuzi tortimi –g.

Tayyorlangan eritma normaligini quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$N_{KCl} = \frac{a_{KCl} \cdot 1000}{74,56 \cdot 250} = \dots\%$$

a_{KCl} -kaliy xloridning analitik tarozida tortib olingan tortimi.

*SIMOB (I) NITRAT ERITMASINI KALIY XLORIDNING
BIRLAMCHI STANDART ERITMASI YORDAMIDA
STANDARTLASH*

Simob(I) nitratning gidrolizlanmasligi uchun nitrat kislotasi qo'shilgan taxminiy 0,05 n li eritmasi laboratoriyada tayyor holda bo'ladi. Bu eritmadan o'lov kolbasiga 500 ml olinadi.

Simob(I) nitrat eritmasini standartlash usuli. Titrlash kolbasiga pipetka yordamida kaliy xloridning standart eritmasidan alikvot qism olib, ustiga 10 ml 2 n nitrat kislotasi, 5–6 tomchi difenilkarbazon indikator, ozgina (0,5 g) quruq mochevina (azot oksidlarini bog'lash uchun) qo'shiladi va simob (I) nitratning standartlangan eritmasi bilan simob (I) xlorid suspenziyasining och havo rangi ko'k rangga o'tguncha titrlanadi. Keyingi titrlashlarda indikatorni ekvivalent nuqtaga 0,5 ml qolganda qo'shish kerak, chunki bunda suspenziya rangining o'tishi keskin bo'ladi. Titrlash kamida 3 marta takrorlanadi.

Titrlash natijalari:

Olingan KCl, ml	Sarflangan simob (I) nitrat, ml
25,00
25,00
25,00
O'rtachasi

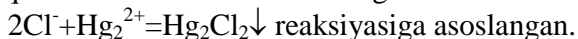
Kaliy xlorid eritmasining normalligi –gekv/l
 Simob (I) nitrat eritmasining normalligini quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$N_{Hg_2(NO_3)_2} = \frac{N_{KCl} \cdot V_{KCl}}{V_{Hg_2(NO_3)_2}} = \dots\dots H.$$

NAZORAT ISHI №11.

ERITMADAGI XLORID IONLARI MIQDORINI ANIQLASH

Metodning mohiyati. Xlor ionlarini aniqlash nitrat kislotali muhitda miqdoran va stexiometrik boradigan ushbu:



Kerakli reagentlar: 1) Simob (I) nitratning standart eritmasi, 2) 2 n nitrat kislotasi, 3) mochevina, 4) 1%-li difenilkarbazon indikator.

Analizni bajarish tartibi. 250 ml li o'lchov kolbasiga kontrol eritmani kolbaning belgisigacha suv solib suyultiriladi va aralastiriladi. Kontrol eritmadan pipetka yordamida alikvot qism olib simob(I) nitratning standart eritmasi yordamida titrlanadi. Titrlash tartibi xuddi simob (I) nitratni kaliy xloridning birlamchi standart eritmasi bo'yicha standartlashdagi kabi (yuqoridagi ishlarga qarang).

Titrlash natijalari:

Olingan kontrol eritma, ml	Sarflangan $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$, ml
25,00
25,00
25,00
O'rtachasi

Simob(I) nitrat eritmasining normalligi –g.ekv/l

Xlor ionining ekvivalent massasi – 35,45 g.

Alikvot ko'paytuvchi f –

Analiz natijalarini (10) formula orqali hisoblanadi. Xlor ionlarining haqiqiy miqdorini o'qituvchidan bilib, xatoliklar hisoblanadi.

Analiz natijalarini statistik qayta hisoblash odatdagi sxema bo'yicha amalga oshiriladi.

III BOB

FIZIK-KIMYOVIY ANALIZ USULLARI

Tahlilni uskunaviy usullari ham sifat, ham miqdoriy tahlilda qo'llanadigan tezkor va zamonaviy usullar majmuasi bo'lib, ulardan olinadigan natija subyektiv emas, balki aniq o'lchov qiymatga ega bo'ladi. Shuning uchun ham tahlilni uskunaviy usullarining mumtoz turlaridan foydalana bilish kimyogar mutaxassisning amaliy ko'nikmasini tarkibiy qismini tashkil etadi.

Tahlil qilinuvchi moddaning (yoki uning eritmasi) o'lchanadigan fizik xossasiga ko'ra uskunaviy usullar uch turga bo'linadi:

I. Aniqlanuvchi modda (yoki eritmani) optik xossasi o'lchanadigan usullar **optik tahlil** usullari deyiladi. Modda (eritma)ga yutilayotgan nurlar to'lqin uzunliklarini sohasiga ko'ra ultrabinafsha (UB) (220-340 nm), ko'rinidigan (K) (340-750) spektrlar vositasida moddani elektron tuzilishi, undan uzunroq to'lqin uzunliklarda - infraqizil (IQ) nurlarda molekulani tebranma holati o'rganiladi.

II. Aniqlanuvchi modda (yoki eritmasi)ni elektrik xossalari o'lchanadigan usullar - **tahlilni elektrokimyoviy usullari** deb ataladi, ular o'z navbatida ikki guruhga: 1) Potensimetrik usullar (eritmaning o'zida - galvanik elementda) hosil bo'lgan potensiallar farqini o'lchashga asoslangan. 2) Tashqaridan berilgan kuchlanish natijasida eritmaning elektrik o'lchamlarini o'zgarishini o'lchashga asoslangan (konduktometriya, polyarografiya, amperometriya va h.z.).

III. Aralashmaning tarkibiy qismlarini qo'zg'aluvchan faza (sorbent - qattiq, g'ovak modda yoki unga shimdirilgan qovushqoq suyuqlik) bo'ylab harakatlanishi natijasida elyuent va sorbent fazalariga bo'lgan moilliklari farqiga ko'ra ularni ajratish va aniqlashga asoslangan usullar **tahlilni xromatografik usullari** deb ataladi. Ularning turlari juda ko'p bo'lib, ular darslik va ma'ruzalarda bayon etilgan.

Bajarilish uslubiga ko'ra optik va elektrokimyoviy usullar bevosita (fizik) va bilvosita (vositali fizik - kimyoviy) turlarga

bo‘linadi. Aniqlanuvchi modda eritmasi **biror fizik xossasini to‘g‘ridan - to‘g‘ri o‘lchash bevosita** usul bo‘ladi. Aniqlanuvchi modda eritmasida uning konsentratsiyasi o‘zgarishi (titrlash)ga muvofiq fizik xossasini o‘zgarib borishini qayd eta borish - fizik - kimyoviy usul deyiladi.

Tahlilni uskunaviy usullari o‘ta sezgir va aniq, eng muhimi, unda obyektiv natijalar qisqa muddatda olinishi jihatidan bir muncha afzallikga ega.

ASOSIY TUSHUNCHALAR

Analitik o‘lchov (vosita) uskunasining asosiy qismlari: har qanday analitik o‘lchov asbobi 6 xil qismlardan tarkib topgan bo‘ladi.

1. **Stabilizator** - tarmoqdan olinayotgan tok kuchlanishini bir tekisligini ta‘minlovchi qism.

2. Aniqlanuvchi moddaga ta‘sir etuvchi fizikaviy **signal** (nur, elektr toki va hokazo.) manbai (nur tarqatuvchi cho‘lg‘am lampasi, batareya).

3. **Selektor** - fizikaviy signalning bir qismini (nurlar oqimini tor oralig‘i, elektr kuchlanishini ma‘lum oralig‘ini) ajratib, tahlil qiluvchi eritmaga yo‘naltiruvchi asbob (fotokolorimetrda - nur suzgich, polyarografiyada reoxord, spektrofotometrda prizama va h.z.).

4. **Signalni o‘zgartiruvchi qism** - tekshiriluvchi eritma quyilgan optik kyuveta yoki elektrolizer.

5. **Detektor** - tekshiriluvchi eritmadan chiqqan natijaviy signalni qayd etuvchi asbob (fotoelement, elektrodlar).

6. **Qayd etuvchi qism (registrator)** - detektordan chiqqan natijaviy signal intensivligini ko‘rsatuvchi asbob (galvanometr, voltmetr- yoki ampermetr).

Tahlilni molekulyar - absorbsion (optik) usullarida elektromagnit to‘lqinlarini optik. UF 200-360; K 360-750; (IQ) 1–2 mk (mikron) va radiochastotalar (metr va santimetrli) sohadagi to‘lqinlarni aniqlanuvchi modda (eritmasi)ga yutilishi o‘rganiladi.

Tasnifga ko'ra:

1. **Kolorimetriya** - standart kyuvetalardagi turli konsentratsiyali bir xil modda eritmalar rangini solishtirish.

2. **Fotoelektrokolorimetriya** - rangli eritmaga ko'rinadigan soha nurlarini yutilish miqdorini o'lchash.

3. **Spektrofotometriya** - aniqlanuvchi modda eritmasiga UB va ko'rinadigan soha nurlarini yutilish spektrini o'lchash.

4. **Infraqizil spektroskopiya usulida (IQ)** - 1–2 mikron to'lqin uzunlikdagi infraqizil nurlarning aniqlanuvchi moddaga yutilish spektri o'lchanadi.

5. **Refraktometriya usulida** - optik qatlam prizmalari orasiga tomizilgan aniqlanuvchi modda eritmasidan o'tgan polixromatik nurni sinish burchagi o'lchanadi.

6. **Polyarimetriya usulida** - assimetrik uglerod atomi bo'lgan moddalardan o'tayotgan qutblangan optik nurning burilish burchagi aniqlanadi.

Konsentratsiyani aniqlash usullari

1. **Darajalangan grafik chizig'i usulida** - standart eritmalar uchun fizik kattaliklar o'lchanib ularni konsentratsiyadan chiziqli bog'lanish grafigi chiziladi. Ayni moddani tekshiriluvchi eritmada konsentratsiyasi o'lchangan fizik kattaligi asosida darajalangan grafik chizig'idan topiladi.

2. **Qiyoslash (solishtirma) usuli** - bir xil sharoitda bir moddani standart eritmasi (C_c) va noma'lum konsentratsiyali (C_x) eritmaları uchun fizik xususiyatlar tegishli L_c va L_x o'lchanadi. C_x quyidagi formuladan hisoblanadi.

$$C_x = \frac{L_x \cdot C_c}{L_c}$$

3. **Analitik ko'paytma usulida** - tekshiriluvchi moddaning 1 mol miqdoriga to'g'ri kelgan fizik xossa o'lchami analitik omil - F_M ma'lum bo'lsa, C_x quyidagicha hisoblanadi: $C_x = L_x / F_M$

FOTOMETRIK ANALIZ

Fotometriya molekula absorbsion analiz usullari qatoriga kiradi. Fotometrik analiz ko'rinuvchan sohadagi nurlarni modda yutishi orqali sifat va miqdoriy analiz qilishga asoslangan. Bunda eritma tiniq va rangli, suyultirilgan bo'lishi shart.

Nur yutilishi Lamber-Buger va Ber qonuniga asoslanadi.

Laboratoriya ishi №19.

ERITMADAGI Fe(III) IONINI SULFOSALITSIL KISLOTA BILAN FOTOMETRIK USULDA ANIQLASH

Metodning mohiyati: ushbu usul pH 1.8-2,5 bo'lganda Fe(III) ning binafsha rangli monosalitsilat kompleksini hosil qilishiga asoslangan.

Kompleks birikma to'lqin uzunligi $\lambda=510\text{nm}$ bo'lgan nurni maksimal yutish qobiliyatiga ega. Bu to'lqin uzunligida molyar so'ndirish koeffitsienti $1,8 \cdot 10^3$ ga teng.

Kerakli asboblar, idishlar va reaktivlar;

1. Fotokolorimetr FEK -56 yoki KFK-2.
2. 6 ta 50 ml li o'lchov kolbalari;
3. 1 ta 10 ml pipetka;
4. Yuvgich;
5. Fe(III)ning 0,1 mg/ml li standart eritmasi;
6. 10% li sulfosalitsil kislota eritmasi;
7. 2 n sulfat kislota eritmasi;

Analiz darajalangan grafik usuli bo'yicha bajariladi: 100 ml li o'lchov kolbasiga 20 ml 0,1 mg/ml li Fe(III) ning standart eritmasidan pipetka yoki byuretka yordamida solinadi va chizig'igacha suyultiriladi. Bunda Fe(III) ning titri 0,02 mg/ml li standart tuzi eritmasi hosil bo'ladi. 50 ml li o'lchov kolbalariga pipetka yordamida 1,5, 3,0, 4,5, 6,0, 7,5; ml Fe(III) standart eritmasidan va ustiga 1 ml 2n H₂SO₄ va 5ml dan 10% li sulfosalitsil kislota qo'shiladi, chizig'igacha distillangan suv solib yaxshilab aralastiriladi. So'ngra rangli tiniq eritmalarning optik zichliklari

ko'k barg rangli, yorug'lik filtri (510 nm) va qalinligi 5,0 sm bo'lgan kyuveta yordamida KFK-56 yoki KFK-2 da suvga nisbatan o'lchanadi. Olingan natijalardan darajalangan grafik tuzib, millimetrli qog'ozga chiziladi.

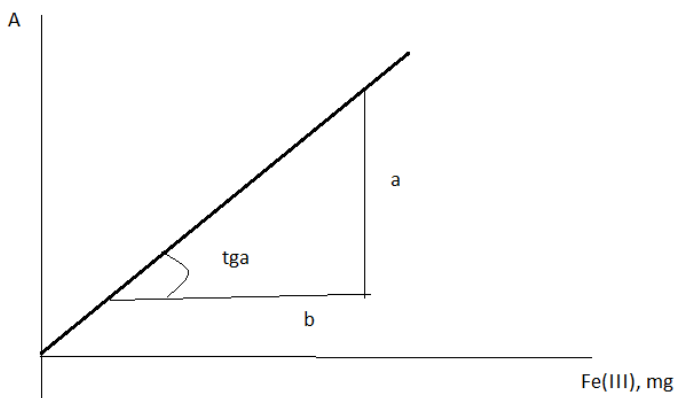
O'lchash natijalari va hisoblash natijalari

T/r	Olingan standart eritma V, ml	Ci Fe(III) mg	Optik zichlik Ai	CiAi	Ci ²	A ning hisoblangan qiymatlari
1	1,5	0,03				
2	3,0	0,06				
3	4,5	0,09				
4	6,0	0,12				
5	7,5	0,15				

Molyar so'ndirish koeffisientini aniqlashning: 1 usuli

$$K = \frac{\sum CiAi}{\sum Ci^2}$$

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{a}{b} \quad \exists = \frac{\text{ordinata masshtabi}}{\text{absissa masshtabi}} \quad k = \operatorname{tga} \cdot \exists$$



Berilgan kontrol eritmani chizigigacha distillangan suv solib aralashtiriladi. So'ngra undan 50 ml li uchta kolbaga bir xil alikvot qismlar olinadi (qancha alikvot qism olish kerakligini o'qituvchi aytadi) va har birining ustiga 1,0 ml 2 n H₂SO₄; 5,0 ml 10% -li

sul'fosalisil kislota qo'shiladi. Chizig'igacha distillangan suv so-
linib aralashtiriladi va suvga nisbatan optik zichliklari o'lchanadi.

Noma'lum modda miqdori quyidagicha aniqlanadi:

$$C_x = \frac{A_x}{K}$$

A_x – kontrol eritmaning optik zichligi;

K – molyar so'ndirish koeffisient;

C_x – (mg) alikvot qismidagi (ml);

$$Xmg = \frac{C_x \cdot 100}{\text{aliquit qism}}$$

Fe ning haqiqiy miqdori Xmg kontrol eritmadagi Fe(III) ning umumiy miqdori

Absolut va nisbiy xatolari aniqlanadi.

Laboratoriya ishi №20

NIKELNI DIMETILGLIOKSIM BILAN FOTOMETRIK ANIQLASH

Metodning mohiyati. Bu metod Ni^{2+} - ionining dimetilglioksim bilan ishqoriy muhitda oksidlovchi ishtirokida hosil bo'ladi-
gan kompleksi - qizil rangli eritmasining optik zichligini o'lchash-
ga asoslangan. Oksidlovchi sifatida erkin yod yoki ammoniy per-
sulfat ishlatiladi. Bunday sharoitda to'rt valentli nikelning
dimetilglioksimat kompleksi hosil bo'lishi aniqlangan:



Kompleks birikma to'lqin uzunligi $\lambda=470$ nm bo'lgan nurni
maksimal yutish qobiliyatiga ega. Bu to'lqin uzunlikda molyar
so'ndirish koeffisienti $1,3 \cdot 10^4$ ga teng. Aniqlashga quyidagi ion-
lar halaqit beradi: a) rangli ionlar va ishqoriy muhitda gidroksidlar
holida cho'kadigan kationlar.

Kerakli asboblari, idishlar va reagentlar:

- 1) fotokolorimetr FEK - 56 M yoki KFK -2;
- 2) sig'imi 50 ml li 6 ta, 100 ml li 1 ta o'lchov kolbalari;
- 3) sig'imi 5,0 ml li 1 ta mikropipetka;

- 4) sig'imi 10-15 ml li 1 ta ulchov silindri;
- 5) yuvgich;
- 6) konsentratsiyasi 0,01 mg/ml bo'lgan Ni^{2+} ning standart eritmasi;
- 7) 1% - li dimetilglioksimning, 5% -li natriy gidroksiddagi eritmasi;
- 8) 20% - li vino kislotasi eritmasi;
- 9) 5% - li NaOH eritmasi;
- 10) 3% - ammoniy persulfat eritmasi.

Analiz darajalangan grafik usuli bo'yicha bajariladi.

50 ml o'lchov kolbalariga pipetka yordamida 1,2,3,4,5, ml nikelning 0,01 mg/ml li standart eritmasidan olinadi, har bir kolbaga 2 ml vino kislotasining 20 % li eritmasidan, 5 ml 5% - li NaOH eritmasidan, 2,5 ml 3% li ammoniy persulfat eritmasidan va 4 ml 1% - li dimetilglioksim eritmasidan qo'shiladi. Hama eritmalarni distillangan suv bilan chizig'igacha suyultiriladi va yaxshilab aralashtiriladi. Har bir eritmaning optik zichliklari yashil yorug'lik filtri va qalinligi 2,0 yoki 3,0 sm bo'lgan kyuveta yordamida FEK- 56 M yoki KFK - 2 asbobida suvga nisbatan o'lchanadi. Olingan natijalar bo'yicha darajalangan grafik chiziladi va kichik kvadratlar usuli yordamida grafik tenglamasi hisoblab topiladi.

Berilgan kontrol eritmani chizig'igacha distillangan suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi. So'ngra undan 50 ml li uchta kolbaga bir xil alikvot qismlar olinadi (Qancha alikvot qism olish kerakligini o'qituvchi ko'rsatadi) va har birining ustiga 2 ml 20% - li vino kislotasi, 5 ml 5% - li NaOH, 2,5 ml 3% - li ammoniy persulfat va 4 ml dan 1% -li dimetilglioksim eritmalari qo'shiladi. Chizig'igacha suv bilan suyultirib aralashtiriladi va suvga nisbatan optik zichliklari o'lchanadi.

K koeffitsienti hisoblab topiladi, C_x - hisoblab topiladi, Ni - ning umumiy miqdori hisoblab topiladi

Ni - ning haqiqiy miqdori

Absolut va nisbiy xatolari hisoblanadi.

Nazorat savollari

1. Nurning yutilish qonunini matematik ifodasi va tub mohiyatini aytib bering.
2. Vizual- va fotokolorimetriya usullarini mohiyati va farqi nimadan iborat?
3. Etalon (kontrol, standart) va solishtirma eritmalar mohiyati haqida tushuntiring.
4. Nima uchun fotokolorimetrda faqat rangli eritmalar tahlil etiladi?
5. Poli- va monoxromatik nurlarning mohiyati nimadan iborat?
6. Fotokolorimetrning asosiy qismlari va ularning vazifalari nimadan iborat?
7. Differensial va ekstraktsion fotometriya haqida tushuncha bering.
8. Fotometrik titrlash deganda nimani tushunasiz?

Vaziyatli masala

1. Bajargan ishingiz natijasi asosida solishtirma va molyar yutilish koeffitsientlarini hisoblang.
2. O'lchangan optik zichlik qiymati aniqlik chegarasi 0,1 dan kichik 0,8 dan yuqori bo'lgan hollarda nima qilmoq kerak?

Mustaqil yechish uchun masalalar

1. Qalinligi 2 sm bo'lgan kyuvetada $9,6 \text{ mg/dm}^3$ mis ioni bo'lgan eritmaning optik zichligi $A = 0,127$ bo'lsa, mis (II) ionini molyar yutilish koeffitsientini hisoblang (javobi 423,3).
2. Eritmaning optik zichligi $A = 0,562$ shu eritmani nurni o'tkazish qiymati T ni hisoblang (javobi 27,41%).
3. Eritma tushayotgan nurni 50,85% o'tkazadi. Eritmaning optik zichligini hisoblang (javobi 0,294).

4. MnO_4^- ioni $\lambda = 528 \text{ nm}$ l yashil nurni yutadi solishtirma koeffitsienti 20 ga teng. Shu anionning molyar yutish koeffitsientini hisoblang (javobi 2403).

5. Nikel dimetilglioksimati $\lambda = 445 \text{ nm}$ binafsha nurni Ni^{2+} ioniga hisoblangan molyar yutilish koeffitsienti 15000 teng, uni solishtirma yutilish koeffitsientini hisoblang (javobi 2555).

SPEKTROFOTOMETRIYA

Spektrofotometriya (SF) tahlilning optik usullariga mansub bo‘lib, kyuvetadagi eritmadan o‘tayotgan monoxromatik nurning yutilishi, so‘nishi ya‘ni eritmaning optik zichligini o‘lchashga asoslangan.

Fotoelektrokolorimetriya (FEK)ga nisbatan SF-da 2 xil: deyteriy lampasi (200-360 nm ultrabinafsha (UB) nurlar) va cho‘lg‘am lampasi (400-1100 nm ko‘rinadigan va yaqin infra qizil nurlar) mavjud bo‘lgani uchun SF-da rangli eritmalardan tashqari rangsiz eritmalarini ham (UB sohada) tahlil etish mumkin, ya‘ni SF-da ishlatiladigan nurlar (elektromagnit to‘lqinlar) oralig‘i (diapazoni) kengroq.

SF ni yana bir afzalligi unda selektor (monoxromator) vazifasini kvars prizma yoki difraksion panjara bajarganligi sababli, polixromatik nur, FEK dagi kabi, nurlar dastasi darajasida emas, balki 1 nm aniqlikda monoxromatlanadi.

Moddaning eritmasidan turli to‘lqin uzunlikdagi nurlarni o‘tkazib har bir nurga tegishli optik zichlik qiymatlari yozib olinib, ordinata o‘qiga optik zichlik (A), absissa o‘qiga (λ nm) eritmadan o‘tayotgan nurning to‘lqin uzunligini qo‘yib chizilgan qavariq tasvir **yutilish spektri** deb ataladi.

Har bir (individual) toza modda faqat o‘ziga xos yutilish spektriga ega, ya‘ni faqat ma‘lum bir to‘lqin uzunlikdagi nurni maksimal yutadi (λ_{max}) va o‘ziga xos yutilish koeffitsienti qiymatiga E_{max} ega bo‘ladi. Shuning uchun yutilish spektrini bu ikki o‘lchami λ_{max} va E_{max} moddani sifat tahlili, uni chinligini isbotlashda dalil bo‘ladi.

Masalan:

Toza modda	λ_{max}	E_{max}
Benzol	255	230
Fenol	270	1450
Fenolat ion	289	2600

λ_{max} - yutilish bandining cho‘qqisini uzunroq to‘lqinlar tomon siljishi **batoxrom**, qisqa to‘lqin tomon siljishi **gipsoxrom** siljish deyiladi.

Eng ko‘p yutilayotgan nur (λ_{max})da maksimal molyar yutilish koeffitsienti (E_{max}) ni ortishi giper-, kamayishi esa gipoxrom samara deb ataladi.

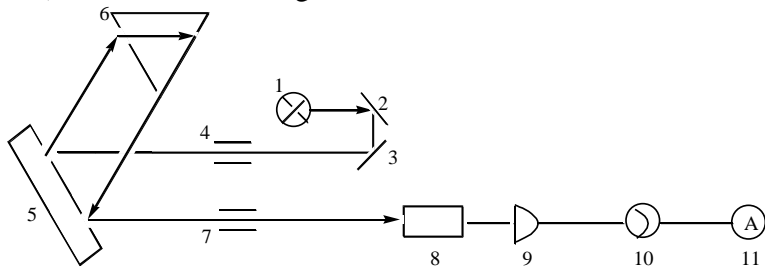
Maksimal yutilayotgan nurga (λ_{max}) mos kelgan, ya’ni yutilish bandining cho‘qqisiga to‘g‘ri kelgan optik zichlik (A_{max}) qiymatiga asoslanib miqdoriy tahlil bajariladi.

Spektrofotometrning tuzilish sxemasi

Turli to‘lqin uzunligidagi monoxromatik nurlar kyuvetadagi eritmadan o‘tganda intensivligi (J) ni so‘nishini, ya’ni eritma optik zichligini o‘lchaydigan uskuna spektrofotometr deb ataladi.

1960-1970 yillarda ishlab chiqarilgan SF-4, SF-16 markali asboblardan optik zichlik alohida dasta (baraban) yordamida o‘lchansa, zamonaviy SF-26, SF-46 spektrofotometrlarda - strelka yoki elektron tablo raqamlarida bevosita ko‘rinadi.

Barcha spektrofotometrlarning ish tamoyili quyidagi optik (sxema) chizmada tasvirlangan:



1 – signal manbai: cho‘lg‘am lampa (400-760 nm), vodorod, deyteriy lampa (200-400 nm) 2,3 – ko‘zgu.

- | | |
|---------------------------------|------------------------|
| 4 – kirish tirqishi | 5 – kondensor ko‘zgusi |
| 6 – prizma (difraksion panjara) | |
| 7 – chiqish tirqishi | 8 – kyuveta eritmasi |
| 9 – nur suzgich | 10 – fotoelement |
| 11 – galvanometr | |

Spektrofotometrning ishlash tamoyili

1 – lampadan chiqqan polixromatik nur 2 – ko‘zgu, 4 – tirqish, 5 – kondensor oynasidan o‘tgach 6 – qavariq prizmasiga tushadi va spektr (to‘lqin uzunliklariga ko‘ra bir-biridan ajralgan nurlar dastasi)ga ajraladi. 5 – kondensor oynasi (to‘lqinlar) dastasi burab, 7 – chiqish tirqishiga alohida to‘lqin uzunlikdagi nur yo‘naldiriladi. Shunday qilib, 6 – prizma, 5 – oyna 4, 7 – tirqishlar birgalikda monoxromator vazifasini bajaradi. Monoxromatik nur erituvchi yoki eritma quyilgan kvarts kyuvetaga tushadi. Yutilgani sababli intensivligi qisman kamaygan nur darcha ochilgach 10 – fotoelementga tushadi. Fotoelementda yorug‘lik energiyasi elektrenergiasiga aylanadi va 11 – galvanometr (SF-16) yoki strelkali (SF-26), raqamli (SF-46) detektorlarda qayd etiladi.

LABORATORIYA ISHI №21

REZORSINNI SPEKTROFOTOMERIK ANIQLASH

Maqsad: Spektrofotometrik tahlil haqida talabalarda tushuncha hosil qilish va bilimni amalda qo‘llab rezorsinning massa ulushini aniqlash.

Mavzuning ahamiyati: Spektrofotometriya moddalarni sifat va miqdoriy tahlilida keng qo‘llaniladigan mumtoz uskunaviy usullardan bo‘lib, UB, K, IQ sohadagi nurlarni yutishi va quyi aniqlash chegarasi pastligi bilan boshqa usullardan ajralib turadi. Barcha laboratoriyalarda spektrofotometrlar mavjud bo‘lib talabalar unda ishlab, moddalarni sifat va miqdoriy analiz qilishni o‘rganadilar.

1. Tortimni hisoblash.
2. Aniq tortimni eritib tayyorlangan quyuq eritmani (optimal) me'yorigacha suyultirish.
3. Spektrofotometr tuzilishi (sxemasi) va unda ishlash tartibi.
4. Yutilish spektri tasvirini chizish.
5. Spektr bo'yicha natijani hisoblash.

Laboratoriya ishi uchun zarur jihozlar

Reaktivlar:

1. Rezorsin poroshogi
2. Distillangan suv
3. Filtr qog'ozlar

Idishlar:

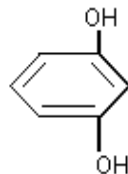
- | | | |
|--------------------|--------|--------|
| 1. O'lov kolbalari | 250 ml | 1 dona |
| | 100 ml | 1 dona |
| 2. Mor pipetkasi | 10 ml | 1 dona |

Asboblari:

1. SF-16, SF-26 spektrofotometrlari
2. Kvars kyuvetalari $l = 1$ sm
3. Elektron tarozi
4. Analitik tarozi
5. Analitik tarozi toshlari bilan

Ishning borishi

1. Tortimni hisoblab, eritma tayyorlash:



Rezorsin molyar massasi 110 a.b.

Maksimal yutiladigan nur uzunligi $\lambda_{\max} = 273$ nm

Solishtirma yutilish koeffisienti $E_{\max} = 180$

Optik zichlikning maksimal aniqlik chegarasi 0,800 dan oshmasligi uchun, $A_{\max} = 0,700$ bo'lishi uchun tayyorlanishi kerak bo'lgan eritmaning foiz konsentratsiyasini hisoblaymiz:

$$C_{\%} = A / E \cdot 1 = 0,700 / 180 \cdot 1 = 0,00388 = 3,9 \cdot 10^{-3} \%$$

Bunday eritmadan 250 ml tayyorlash uchun 0,01 g tortim olish kerak. Tortim olishda xatolikni kamaytirish maqsadida 0,1 g tortimni 250 sm³ hajmli o'lchov kolbasida eritib belgisigacha suyultiriladi.

2. Tayyorlangan eritmani me'yoriy konsentratsiyagacha suyultirish: eritmaning λ_{\max} to'liqidagi optik zichligi aniqlik chegarasi 0,800 dan ortmaydigan konsentratsiya me'yoriy konsentratsiya deb ataladi. 0,1 g rezorsin 250 sm³ da eritib tayyorlangan eritma talab etilgan (me'yoriy) konsentratsiyadan 10 marta ortiq bo'lgani sababli uni 10 marta suyultirib o'lchash kerak.

Spektrofotometrda ishlash tartibi:

1. Spektrofotometr tok manbaiga ulanadi, rezorsinga maksimal yutiladigan nur 273 nm UB soxada bo'lgani uchun deyteriy lampasi yoqiladi va fotoelementlar dastasi tegishli UB sohasiga qo'yiladi. Lampalari qiziguncha 10-20 minut kutiladi.

2. Kyuvetalarni eritma bilan to'ldirib kyuveta kamerasiga joylashtirish.

UB nurlari oddiy shishadan o'tmaydi, shuning uchun tomonlari 1 sm bo'lgan kvardsdan tayyorlangan kyuvetalar ishlatiladi. Ikkita bir xil kyuvetalarning biriga solishtirma erituvchi - distillangan suv, ikkinchisiga esa suyultirilgan eritma qo'yiladi.

Kyuvetalar eritma bilan to'lg'izilganda ular xira tomonidan ushlanadi va eritma to'ldirilgach kyuvetaning tiniq tomonlari filtr qog'oz bilan artiladi. Kyuveta kamerasidan kyuvetalar tutqichini oldi oq nuqtali uyasiga erituvchi (suv) va keyingi uyasiga tekshiruvchi eritma quyilgan kyuvetalar joylanib, tutqich kyuveta kamerasiga o'rnatiladi (tutqichning qirrasini kamera asosining iziga mos tushishi shart).

Ogoh bo'ling! Kyuveta kamerasi ochilishidan avval fotoelementlar darchasi albatta **BERK** bo'lishi kerak!

3. Nol holatni o'rnatish:

a) Nur yo'lida erituvchi, ya'ni kyuveta tutqichi "1" holatda;

b) Fotoelement darchasi va kyuveta kamerasini qopqog'i berk holatda;

v) “Nol” dastasini burab SF-16 galvanometrini strelkasi markaziy holga SF-26 strelkasi nur o‘tkazish “T” shkalasini “nol” holatiga keltiriladi.

4. Nur maksimal o‘tadigan tirqish kengligini tanlash:

- a) Kerakli to‘lqin uzunlikdagi nur tanlanadi (kondensator oynasi dastasi bilan);
- b) Nur yo‘lida erituvchi kyuvetalar tutqichi birinchi holatda;
- v) Kamera qopqog‘i yopiq;
- g) Fotoelement darchasi ochiladi.
- d) SF-16 da markaziy holatidan og‘gan galvanometrning strelkasi markaziy holatiga tirqish “hel” dastasini burab keltiriladi va darcha berkitiladi.

Nol va 100% nur o‘tish holatlari 2–3 marta sozlangach eritmaning optik zichligi “A” quyidagicha o‘lchanadi

5. Optik zichlik - “A” o‘lchash.

a) Kyuvetalar tutqichini “2” holatga surib, fotoelement darchasi ochiladi.

b) SF-16 da markaziy holatidan og‘gan galvanometr strelkasi avvalgi “o‘rta” holatiga “otschet” dastasini burab keltiriladi va “D” shkalasidan optik zichlik qiymati yozib olinadi. SF-26 da strelka o‘lchanayotgan eritmaga tegishli optik zichlikni “D” shkalasi bo‘yicha ko‘rsatadi. Darcha yopiladi. O‘lchash xatosizligi 2–3 ta takrorlab tekshiriladi. Shu kabi o‘lchashlar 245–300 nm oralig‘ida, yutilish maksimumi atrofida 270, 272, 273, 275, 280 nm to‘lqin uzunliklarda yozib olinadi va yutilish spektri (bandi) tasviri chiziladi.

5. Yutilish spektri tasvirini chizish

Millimetrovka qog‘ozga absissa va ordinata o‘qlarini chizib absissaga λ (nm), ordinataga o‘lchangan tegishli A(D) qiymatlari qo‘yib nuqtalar (lekala) tekislovchi chizg‘ich yordamida birlashtirilsa, rezorsinning yutilish spektri hosil bo‘ladi. Uning cho‘qqisi haqiqatda ham 273 nm da ekanligiga ishonch hosil qilasiz.

6. Natijani hisoblash:

Quruq preparat tarkibidagi rezorsinning massa ulushi quyidagi formula asosida hisoblanadi: $\%rezorsin$ – rezorsinning massa ulushi

$$\% rezor sin = \frac{A_{max} V' \cdot V''}{E \cdot lA \cdot V_{a.lk}}$$

Bu yerda: $E = 180$, $l = 1$ sm, A_{max} = yutilish spektrida 273 nm ga to'g'ri kelgan optik zichlik qiymati, a - tortim, V' - a tortim eritilgan o'lchov kolbasining hajmi, $V_{a.lk}$ - suyultirish uchun olingan alikvot hajm, V'' - alikvot hajm suyultirilgan o'lchov kolbasining hajmi.

Nazorat savollari

1. Spektrofotometrning sxemasi va ish tamoyili.
2. Yutilish spektri nima va u qanday yozib olinadi?
3. SF va FKK o'xshash va farqli jihatlarini aytib bering.
4. Spektrofotometrda ishlash tartibini gapirib bering.
5. UB va ko'rinadigan nur sohalarining to'liq uzunliklari va tegishli nur manbalari va fotoelementlarini gapirib bering.
6. Gipso- va batoxrom siljish, gipo- va giperxrom samaralarining mohiyati nimadan iborat?

Mustaqil yechish uchun masalalar

1. R-vitamini - rutin $\lambda_{max} = 253$ nm, $6 \cdot 10^{-5}$ M standart eritmasining $A_{max}^{ct} = 0,650$. Noma'lum konsentratsiyali eritmaning optik zichligi 0,730 ga teng bo'lsa, shu eritmada rutin molyar va mg/dm³ birlikda konsentratsiyalarini hisoblang. Rutinning molyar massasi 610 a.b. (javobi $7,3 \cdot 10^{-3}$; 44,7 mg/dm³).

2. Xromat ioni $\lambda_{max} = 373$ nm, solishtirma yutilish koeffitsienti $E = 121$ (g/100 ml)⁻¹ · sm⁻¹ ga teng bo'lsa, molyar yutilish koeffitsientini hisoblang.

ATOM - EMISSION ALANGALI FOTOMETRIYA USULI

Metodning mohiyati. Atom - emission alangali fotometriya metodi emission spektral analizning variantlaridan biri hisoblanadi va uning asosida analiz qilinadigan modda tarkibiga kiruvchi atomlarning nur chiqarish spektrlari yotadi.

Analiz qilinadigan modda biron bir qulay usul yordamida eritiladi, o'lchov kolbasiga o'tkaziladi va toza erituvchi yordamida chizigigacha suyultiriladi. Hosil qilingan eritma purkagich yordamida doimiy va bir tekisda gaz gorelkasi alangasiga purkaladi. Bunda gaz gorelkasi alangani doimiy bir tekisda yonib turishi shart! Alanganing yuqori temperaturasi tasirida erituvchi bir zumda (bir onda) bug'lanadi, tuzning hosil bo'lgan mayda zar-rachalari atomlargacha parchalanadi. Bunda atomlarning bir qismi yuqori kvant energetik holatigacha qo'zg'oladi. Qo'zg'algan atomlar normal holatiga o'tib har bir element uchun xarakterli ma'lum to'liq uzunligiga ega bo'lgan nurni chiqaradi.

Monoxromator yoki yoruglik filtri yordamida umumiy yorug'lik oqimidan aniqlanadigan element uchun xarakterli ma'lum to'liq uzunligiga ega bo'lgan nurlar ajratiladi. Ajratilgan monoxromatik nurning intensivligi fotoelement yoki fotokupayt-gich (fotumnojitel) yordamida o'lchanadi. Alanganing yonish rejimi, eritmaning alangaga purkalish tezligi va uning disper-girlanish darajasi doimiy bo'lganda bu monoxromatik nurning intensivligi va eritmadagi aniqlanadigan element konsentratsiyasi orasida proporsionallikga yaqin bo'lgan, ayrim konsentratsiyalar oralig'ida chizikli funksional bog'lanish mavjud. Bu bog'lanish tegishli elementni miqdoriy aniqlash uchun asos bo'ladi.

Alanganing tashqi sovuqroq, qatlamida nur chiqarish spektri-ning qisman yutilishi, aniqlanadigan element atomlari ayrim qis-mining ionlanish yoki atomlanishga berilmaydigan birikmaga bog'lanish tufayli nurlanish intensivligi va eritmadagi tegishli ele-ment konsentratsiyasi orasidagi proporsional bog'lanish buzilishi mumkin.

Bu hodisalarning topish aniqligiga halaqit beruvchi tasiri maxsus ishlab chiqilgan usullar yordamida minimumga yetkaziladi.

Alangali fotometriya metodi ekspress metod hisoblanadi va 30 dan ortiq elementlarni juda tez aniqlashga (element tabiatiga qarab 2–4% aniqlikda) imkon beradi. Metodning sezgirligi katta va u element tabiatiga hamda aralashma tarkibiga bogʻliq.

Agar yoqilgʻi sifatida tabiiy gaz yoki propan va butan aralashmasi, oksidlovchi gaz sifatida siqilgan havo ishlatilsa, alanganing temperaturasi 1800 - 2000°C (gorelkaning yonish sharoitiga qarab) atrofida boʻladi. Bunday temperaturada faqat ishqoriy va ishqoriy yer metallari atomlari qoʻzgʻalgan holatga oʻtadi. Qolgan elementlar esa oʻzlaridan nur chiqarmaydi va shu bilan birga oson qoʻzgʻalgan holatga oʻtadigan elementlarga (ishqoriy va ishqoriy - yer metallari) halaqit bermaydi. Shuning uchun alangali fotometriya ishqoriy va ishqoriy - yer elementlarini xilma-xil obyektlardan aniqlashda alohida ahamiyat kasb etadi. U geologiyada, geoximiyada, biologiyada, medisinada, metallurgiyada va ximiya sanoatda keng koʻlamda qoʻllaniladi.

Agar qiyinroq qoʻzgʻaluvchan elementlarni aniqlash talab qilinsa, u holda yuqori temperaturali alanga qoʻllaniladi. Bunda yoqilgʻi sifatida atsetilen va vodorod gazlari, oksidlovchi gaz sifatida esa toza kislorod ishlatiladi.

Bunda ham atomlar asosan, faqat normal holatga yaqin boʻlgan kvant energetik sathi holatigacha qoʻzgʻalgan holatga oʻtadi va shuning uchun spektral chiziqlar soni elektr yoyi kondensirlangan elektr uchquni yordamida qoʻzgʻalgan holatiga oʻtkazilgandagiga qaraganda juda koʻp marta kamdir. Demak, alangali fotometrik analizda begona elementlarning halaqit berish ehtimolligi klassik spektral analiz metodi bilan xuddi shunday aniqlashlarga qaraganda juda kamdir. Bundan tashqari alangali qoʻzgʻalishda elektr yoyi yoki elektr uchquni yordamida qoʻzgʻalishga qaraganda hamma yigʻindi nurlanishlardan kerakli spektral chiziqlarni ajratish imkoniyati ancha katta va osonroqdir.

Aniqlanadigan modda tarkibiga kiruvchi qandaydir element konsentratsiyasini aniqlash uchun fotoelement zanjiridagi

o'lgangan tok kuchi qiymati (% qiymat fotoelementga tushayotgan nurning intensivligiga proporsionaldir) bo'yicha uchta har xil usuldan foydalaniladi: 1) bir yoki ikkita standart bilan solishtirish usuli; 2) darajalangan grafik usuli; 3) standart qo'shimcha qo'shish usuli.

Birinchi, eng oddiy va shu bilan birga aniqligi kamroq, usul bo'yicha, aniqlanadigan elementning bitta standart eritmasi tayyorlanadi. Bu standart eritmada mumkin qadar hamma begona elementlar tarkibi va miqdori taxminan analiz qilinadigan eritma tarkibidek qilib olinadi. Dastlab standart eritma (J_{ST}) alangaga purkalib fototok kuchi o'lganadi so'ngra esa huddi shunday sharoitda analiz qilinadigan eritma fototok kuchi o'lganadi. Aniqlanadigan element konsentratsiyasi quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$C_x = C_{ST} \cdot J_x / J_{ST}$$

bunda C_{ST} va C_x - aniqlanadigan elementning tegishli standart va analiz qilinadigan eritmalardagi konsentratsiyalari.

Agar J_{ST} ning topilgan qiymatidan katta farq qilsa, u holda topish aniqligini oshirish uchun konsentratsiyasi C_x ga yaqin bo'lgan ikkinchi standart eritma tayyorlanadi va hamma o'lgashlar takrorlanadi yangidan C_x hisoblanadi.

Bu usulni qo'llashning asosiy sharti shuki, bunda eritmadagi aniqlanadigan element konsentratsiyasi bilan fotometrlanadigan nurning intensivligi orasidagi proporsionallikga rioya qilishdir. Kamdan kam hollarda bunga erishish mumkin. Buning uchun hamma begona elementlarning konsentratsiyalari juda kichik va etarli darajada bo'lishi, hamda halaqit beruvchi omillar to'la bartaraf qilingan bo'lishi kerak.

Solishtirish usulining ikkinchi varianti nurning intensivligi va elementning konsentratsiyasi orasida proporsional bog'lanish bo'lmay, balki konsentratsiyaning katta intervalidagi, kontrol eritmadagi aniqlanadigan element konsentratsiyasini o'z ichiga oladigan faqat chiziqli bog'lanish bo'lgandagina qo'llaniladi. Bu variantda ikkita standart eritma tayyorlanadi. Bu standart eritmalardan birining konsentratsiyasi aniqlanadigan elementning analiz qiladigan eritmadagi konsentratsiyasidan katta, ikkinchisi esa

aksincha kichik bo'ldi va begona aralashmalar konsentratsiyasi tahminan analiz qiladigan eritmanikidek bo'lishi kerak. Bir xil sharoitda ikkala standart va aniqlanadigan eritma fotometrlanadi. Analiz qilinadigan eritmadagi aniqlanadigan element konsentratsiyasi quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$C_X = C_1 J_X - J_1 / J_2 - J_1 (C_2 - C_1)$$

bunda C_1 , C_2 va C_X - aniqlanadigan elementning tegishli birinchi va ikkinchi standart hamda analiz qilinadigan eritmalardagi konsentratsiyalari; J_1 , J_2 va J_X - bu eritmalarni fotometrlangandagi galvanometr ko'rsatkichlari.

Alangali fotometrik analiz metodi amaliyotida aniqlanadigan element konsentratsiyasini aniqlashda ko'pincha darajalangan grafik usuli qo'llaniladi, chunki uni nurning intensivligi bilan konsentratsiya orasidagi bog'lanishning hamma turiga ham qo'llash mumkin. Bu usulning mohiyati quyidagidan iborat: katta konsentratsiyalar intervalini o'z ichiga oladigan va bir-biridan etarlicha farq, qiladigan aniqlanadigan elementning 5 - 10 ta standart eritmalarini tayyorlanadi va ketma-ket fotometrlanadi. Olingan natijalar (nurning intensivligi galvanometr ko'rsatkichi orqali ifodalangan) va standart eritmalardagi elementning aniq, konsentratsiyalari asosida darajalangan grafik chiziladi. So'ngra xuddi shunday sharoitda analiz qilinadigan eritma fotometrlanadi: va olingan natijani to'g'ridan-to'g'ri grafikga qo'yib aniqlanadigan element konsentratsiyasini aniqlanadi (agar grafik hamma konsentratsiyalar intervalida chiziqli bog'lanishda bo'lsa, u holda kichik kvadratlar metodi yordamida topilgan darajalangan grafik tenglamasi asosida hisoblash maqsadga muvofiqdir.)

Standart qo'shimcha qo'shish usuli analiz qilinayotgan element eritmasini, so'ngra esa aniqlanadigan elementning konsentratsiyasini analiz qilinadigan eritmadagi konsentratsiyasidan ma'lum qiymatga katta bo'lgan eritmasini alangaga purkalganda chiqaradigan nurning intensivligini o'lchashga asoslangan. Bunda eritmadagi begona aralashmalar konsentratsiyasi xuddi analiz qilinadigan eritmanikiga mumkin qadar yaqin bo'lishi kerak. Ayniqsa bu usulni analiz qilinadigan eritmada begona elektrolitlar konsentratsiyasi yuqori bo'lganda va komponentlari tarkibi qi-

linadigan eritmanikiga yaqin bo'lgan standart eritmalar tayyorlash mumkin bo'lmagan hollarda tavsiya qilinadi. Ammo, shu bilan birga, qo'shimcha qo'shish usulini xuddi solishtirish usulidagi ka-bi nurning intensivligi va eritmadagi aniqlanadigan element konsentratsiyalar orasida proporsional bog'lanish bo'lgandagina qo'llash mumkin.

Analiz qilinadigan elementni bu usul yordamida katta aniqlikda topish uchun analiz qilinadigan eritmani bir xil miqdorda qo'shimcha qo'shish bilan emas, balki bir necha xil miqdordagi qo'shimcha qo'shish bilan fotometrlash kerak. Bu usul bilan analizni quyidagicha bajarish metodikasi tavsiya qilinadi.

Hajmi 100 ml li uchta o'lchov kolbasiga pipetka yordamida analiz qililadigan eritmadan bir xil alikvot qism olinadi. So'ngra ikkinchi va uchinchi kolbalarga ma'lum hajmlardagi aniqlanadigan elementning standarti qo'shiladi, kolbalardagi eritmalar belgisigacha distillangan suv bilan suyultiriladi va aralastiriladi. Ketma-ket uchala eritmani galma-galdan alangaga purkab fotoelementdagi tokni o'lchash bilan fotometrlanadi.

Analiz natijalarini hisoblash quyidagi formula orqali amalga oshiriladi:

$$C_X = V_{st} \cdot C_{st} / (J_2 / J_1 - 1) \cdot V_X$$

bunda V_X - analiz qilinadigan eritmaning har bir kolbaga olingan alikvot hajmi V_{st} - analiz qilinadigan eritma alikvot qismiga qo'shilgan aniqlanadigan element standart eritmasining hajmi, C_{st} - aniqlanadigan elementning standart eritmadagi konsentratsiyasi (mg/ml yoki mkg/ml) J_1 va J_2 - standart qo'shimcha qo'shilmagan va qo'shilgan eritmalar alangaga purkalgandagi galvanometr ko'rsatkichlari.

Agar purkaladigan eritmadagi aniqlanadigan element konsentratsiyasi va fototok kuchi orasida proporsional bog'lanish bo'lsa, turli alikvot qism standart qo'shimchalar qo'shilgan analiz qilinadigan eritmalarini fotometrlash natijalari asosida topilgan C_x qiymatlari bir-biriga juda yaqin (yoki nazariy jihatdan teng) bo'ladi.

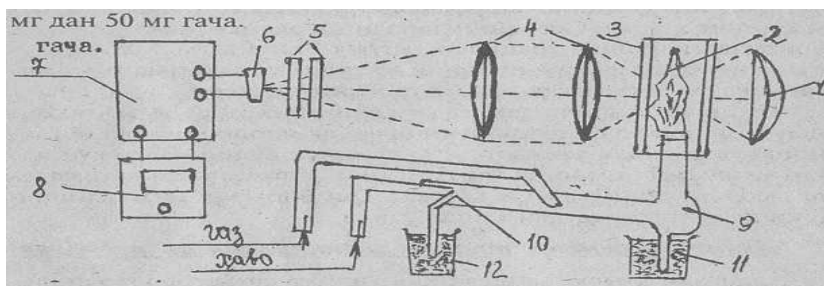
Alangali fotometriyada ishlatiladigan asboblari

Alangali fotometriyada ikki xil turdagi asboblari ishlatiladi: alangali fotometrlari va alangali spektrofotometrlari. Birinchi turdagi asboblarda alanganing nur chiqarish spektrlaridagi kerakli spektr chiziqlari yoki polosalarni absorpsion yoki interferension yorug'lik filtrlari yordamida, ikkinchi turdagi asboblarda esa yoki difraksion monoxromatorlarda ajratiladi. Fotometrlari asosan oson qo'zg'aluvchan holatga o'tadigan ishqoriy va ishqoriy-yer elementlarining atomlarini aniqlashda ishlatiladi. Alangali fotometrlarining aniqlash doirasi juda katta emas, ammo tuzilishi va ishlatilishi juda oddiy, hamda narxi arzondir. Alangali spektrofotometrlarining esa aniqlash darajasi juda katta, 50 dan ortik, elementlarni aniqlash mumkin. Alangali fotometr tuzilish sxemasi 3-rasmda keltirilgan.

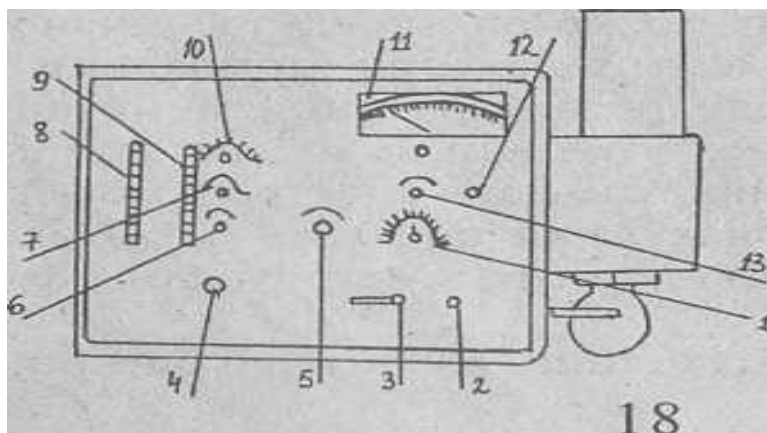
Alangali fotometrlari tuzilishi jihatidan bir-biridan turlichaligi bilan farq qiladi. Biroq, tuzilishi turlichaligidan qat'iy ular uchta asosiy qismdan: 1) Gorelka purkagichi; 2) alangadan chiqayotgan yo'naltirilgan nurlari dastasini hosil qilish imkonini beruvchi va undan kerakli to'liq uzunligidagi monoxromatik nurni ajratuvchi optik qism, 3) fotoelement kuchaytirgichi va galvanometrardan iborat.

4-rasmda PAJ-1 markali alangali fotometrning oldi tomonidan umumiy ko'rinish tasvirlangan.

PAJ – 1 asbobi natriyni (nurning intensivligi va to'liq uzunligi $\lambda = 589 \text{ nm}$), kaliyni ($\lambda = 622 \text{ nm}$), litiyni ($\lambda = 670 \text{ nm}$) va kaltsiyni ($\lambda = 420 \text{ nm}$) alangali - fotometrik aniqlashga asoslangan. Yuqorida ko'rsatilgan hamma elementlari uchun aniqlanadigan konsentratsiyalar diapazoni 0,05 - 0,1 mg dan 50 mg gacha.



3-Rasm.1 – aks etuvchi oyna; 2 – alanga; 3 – issiqlikni saqlovchi shisha silindr; 4 – kondensor linzasi; 5 – yorug‘lik filtri; 6 – fotoelement; 7 – kuchaytirgich; 8 – gal‘vonometr; 9 – gorelka; 10 – purkagich; 11 – gidrozator; 12 – purkaladigan eritmali stakan.



4-rasm. Alangali fotometr PAJ-1 ning oldi tomonidan ko‘rinishi.

1. “Smeneshenie shkalyi” dastagi;
2. “Havo” dastagi
3. Gaz krani dastagi; 4. Ulagich tumblyori; 5. “Ustanovka nulya” dastagi; 6. Sezgirlik “Plavno” dastagi; 7. “Postoyanno vremeni” dastagi; 8. Havo sarflagichi; 9. Gaz sarflagichi; 10

“Grubo” sezgirlik dastagi; 11. Galvanometr; 12. “Shtorka” dastagi; 13. “Klinopticheskiy” dastagi;

Alangali fotometr bilan ishlashda texnika xavfsizligi bo`yicha ko`rsatma

1. Asbobni o`rnatish, tekshirish va ishga tayyorlash ishlari asbob instruksiyasi bilan tanish bo`lgan va shu laboratoriyada xizmat ko`rsatuvchi laborant tomonidan amalga oshiriladi. Asbob mo`rili shkafga o`rnatilgan bo`lishi kerak.

2. Ishlayotgan asbobni qarovsiz qoldirish qatiyan man qilinadi!

3. Asbob bilan ishlashda uning instruksiyasida ko`rsatilgan ulash va o`chirish tartiblariga qatiyan rioya qilish kerak: dastlab “havo” jumragi so`ngra esa “gaz” jo`mrangi ochiladi. Asbobni o`chirishda esa dastlab “gaz” jumragi so`ngra esa “havo” jumragi berkitiladi.

4. Asbobning ishlash jarayonida ma`lum bir qismining ishdan chiqqanligi sezilsa, gaz hidi kelsa, asbobga kelayotgan gaz jumragini darhol berkitib laborantga yoki o`qituvchiga voqeani yetkazish lozim.

5. Agar biror sababga ko`ra asbobdagi alanga o`chib qolsa darhol “gaz” jumragini berkitish kerak. “Havo” jumragini esa berkitmasdan 2–3 minutdan so`ng yana gorelkani yokish kerak.

6. Asbobni o`chirishdan oldin gidrozatorda suv borligiga ishonch hosil qilish kerak.

7. Asbob ishlayotgan paytda uning silindrsimon himoya shishasiga tegmaslik kerak.

Laboratoriya ishi №22.

NATRIY MIQDORINI ALANGALI FOTOMETRIYA YORDAMIDA ANIQLASH

Ishning mohiyati. Alangaga natriy ionining konsentratsiyasi ma`lum bo`lgan bir tekis oshib boruvchi bir necha standart eritmaları ketma-ket purkalib, galvanometr ko`rsatgichi bo`yicha natriy

atomlarining nurlanish intensivligi o'lchanadi. Olingan natijalar bo'yicha millimetr qog'ozga darajalangan grafik chiziladi. Bunda absissa o'qiga natriy ionlari konsentratsiyasi, ordinata o'qiga esa $\lambda=589$ nm dagi nurning intensivligi qiymatlari qo'yiladi. So'ngra alangaga analiz qilinadigan eritma purkaladi va huddi yuqoridagidek sharoitda va to'lqin uzunligida ($\lambda=589$ nm) nurning intensivligi o'lchanadi. Olingan natijalarni to'g'ridan-to'g'ri darajalangan grafikga qo'yib natriyning purkalgan eritmadagi konsentratsiyasi topiladi.

Kerakli asboblar idishlar va reagentlar:

- 1) PAJ - 1;
- 2) kompressor; 3) hajmi 100 ml li, 7 ta o'lchov kolbasi;
- 4) hajmi 5 ml li 1 ta o'lchov pipetkasi; 5) 7 ta plastmassadan tayyorlangan stakanchalar; 6) yuvgich;

Analizni bajarish usuli. 1. Siqilgan havoni gorelkaga uzatuvchi kompressor ulanadi. Ish stolidagi gaz jumragi ochiladi (asbobdagi emas!), asbobdagi gorelkadan metall korpus va himoya shishasi olinib unga yonib turgan gugurt cho'pi tutiladi va asbobdagi "gaz" jumragi asta-sekin ochiladi. Gazning uzatilishni shunday regulirovka qilish kerak-ki, unda spiralsimon barqaror alanga hosil qilsin. So'ngra gorelkaga himoya shishasi va metall korpusi qo'yiladi.

2. Tumbler "tarmoq" (сеть)ga ulanadi. Ish boshlanishidan oldin asbob kamida 30 min qizdirilishi kerak.

3. Asbob qiziguncha, o'qituvchidan analiz qilinadigan eritmani 100 ml li o'lchov kolbasiga olinadi va chizig'igacha bidistillangan suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi. So'ngra darajalangan grafik tuzish uchun natriy xloridning standart eritmalari seriyasi tayyorlanadi. 100 ml li o'lchov kolbalariga pipetka yordamida titri 1 mg/ml bo'lgan natriy xloridning standart eritmasidan 1,0; 2,0;3,0;4,0;5,0 ml dan olinadi, bidistillangan suv bilan chizigigacha suyultiriladi va aralashtiriladi.

4. Asbob qizigach undan "смещенный шкалы" dastagini "O" holatiga o'rnatiladi va "установка нуля" dastagining yordamida galvonometr strelkasi nol ga keltiriladi.

5. “Shtorka” dastagini oxirigacha o‘zingizga qarab torting. Bunda gal’vonometr strelkasi noldan og‘ishi mumkin. U holda “Klin opticheskiy” dastagi yordamida yana nolga keltiriladi.

6. So‘rg‘ich kapillyar tagiga dastlab distillangan suvli keyin esa bidistillatli stakanni qo‘yib gorelka yuviladi, shundan so‘ng so‘rg‘ich kapillyar tagiga konsentratsiyasi eng yuqori standart eritmali stakan quyiladi. Asbobning “чувствительность грубо” dastagini “б” yoki undan yuqori holatga qo‘yiladi, so‘ngra “чувствительность грубо” dastagi bilan galvanometr ko‘rsatkichi aniq, “100” holatiga to‘g‘irlanadi.

7. Standart eritmani kapillyar tagidan olinib tirqish berkitiladi va "установка нуля" dastagi yordamida galvanometr kursatgichini yana nolga to‘g‘irlanadi.

8. So‘rg‘ich kapillyar tagiga bidistillangan suvli stakan qo‘yiladi va tirqish ochiladi. Agar galvanometr strelkasi noldan og‘gan bo‘lsa uni “клин оптический” dastagini burab yana nolga keltiriladi. 6–8 punktlarni galvanometrning ko‘rsatkichi barqaror takrorlaguncha bir necha marta qaytariladi.

9. So‘rg‘ich kapillyar tagiga ketma-ket bir tekis oshib boruvchi konsentratsiyali standart eritmalar solingan stakanlar qo‘yiladi va har gal galvanometrning tegishli ko‘rsatkichlari yozib boriladi. Oxirida so‘rg‘ich kapillyar tagiga analiz qilinadigan eritmali stakan qo‘yiladi va galvanometr ko‘rsatkichi yozib olinadi.

Ish tugallangach asbobni laborant quyidagi tartibda o‘chiradi:

- 1) “смещенный шкалы” dastagi “Arretir” holatiga buraladi.
- 2) Dastlab stoldagi gaz jumragi, keyin esa asbobdagi gaz jumragi berkitiladi.
- 3) Tumbler tokdan uziladi.
- 4) Kompressor tokdan uziladi.

Har bir eritmani gorelka alangasiga purkashdagi chiqarilayotgan nur intensivligini o‘lchash natijalari va bu eritmalar konsentratsiyalari quyidagi jadval shaklida yoziladi:

Standart eritmalari	100 ml.li kolbaga olingan eritma (T=0,1 g/ml)	Hosil bo'lgan eritma konsentratsiyasi, mg/ml	Eritma gorelka alangasiga purkalgandagi chiqarilayotgan nurning intensivligi (galvanometr ko'rsatgichi bo'yicha)			
			1-o'lch.	2-o'lch	3-o'lch	4-o'lch
1						
2						
3						
4						
5						

Darajalangan grafik tuzish. Olingan natijalarning o'rtacha qiymati asosida millimetrli qog'ozga darajalangan grafik quyidagi masshtablarda tuziladi: absissa o'qi bo'yicha konsentratsiyalar – 1,0 sm 0,0002 mg/ml ga teng qilib olinadi, ordinata o'qi bo'yicha 1,0 sm galvanometer shkalasining bo'lagiga teng qilib olinadi.

Olingan natijalarni hisoblash: aniqlanadigan eritma konsentratsiyasi to'g'ridan-to'g'ri darajalangan grafikdan topiladi. Topilgan qiymatni kolbaning hajmiga ko'paytiriladi va analiz natijasini mg larda olinadi. Analiz natijalari absolut va nisbiy xatoliklari topiladi.

LYUMINESSENT ANALIZ USULI

Agar biror moddaga tashqaridan energiya berilsa, yutilgan energiya ta'sirida moddani tashkil qilgan atomlar yoki molekulalar qo'zg'olgan holat ya'ni ortiqcha energiyaga ega bo'lgan holatga keladi. Bu vaqtda elektronlar, ortiqcha energiya hisobiga atomlarning yuqori pog'onalariga o'tib qo'zg'algan holatda bo'ladi. Lekin ular qo'zg'olgan holda uzoq saqlanmay, qisqa vaqt ichida ortiqcha energiyasini chiqarib, o'zining avvalgi turg'un holatiga kelishga harakat qiladi.

Molekulalar va atomlar yutgan energiyasining bir qismini is-siqlik emas nurlanish holida chiqarsa bu hodisa lyuminessensiya deyiladi.

Lyuminessent nurlanish intensivligi I_1 analiz qilinayotgan moddaning konsentratsiyalarining ma'lum intervalida shu modda konsentratsiyasiga (C) proporsional bo'ladi.

$$I_1 = K \cdot C$$

Bu bog'liqlikdan foydalanib ko'pchilik moddalar miqdoriy analiz qilinadi. Lyuminessensiyaning vujudga keltirish uchun odatda ultrabinafsha nurlaridan foydalaniladi. Lyuminessent usuli juda sezgir metodlar qatoriga kiradi va uning yordamida moddalarning kam miqdorlarini (10^{-6} - 10^{-8} g/ml) aniqlash mumkin.

Bundan tashqari kimyoviy analizda ba'zi lyuminessent hossalarga ega bo'lgan organik birikmalar titrlash jarayonida indikatorlar tariqasida ishlatilishi bilan muhim ahamiyatga ega. Organik moddalarning molekulasi kislotali yoki asosli hossalarga ega bo'lsa, eritmada vodorod ionlari konsentratsiyasi o'zgarishi bilan ularning lyuminessensiyasi ham o'zgaradi.

Kimyoviy analizning titrimetrik metodlarida bunday birikmalar lyuminessent indikatorlar deb ataladi va ular moddalarning miqdorini aniqlashda muhim ahamiyatga ega. Lyuminessent analiz usuli sanoatda, qishloq xo'jaligida keng qo'llaniladi.

Laboratoriya ishi №22.

KUCHLI KISLOTA MIQDORINI ANIQLASH

Ishdan maqsad. Hajmiy fluoressent analiz (pH –metriyaning lyuminessent varianti) usuli bilan tanishtirish. Bu usulda kislota yoki ishqor miqdori lyuminessent indikator yordamida titrlab aniqlanadi.

Kerakli asboblardan, idishlardan va reagentlardan: 1) lyuminessent titrlash moslamasi; 2) ultrabinafsha nur chiqaruvchi moslama UFO-254; 3) magnitli aralastirgich; 4) Sig'imi 100 va 250 ml li o'lchov kolbalari; 5) sig'imi 10 yoki 15 ml li MOR pipetkasi; 6) sig'mi 50 ml li byuretkasi; 7) sig'imi 100 - 150 ml li 3 ta titrlash

kolbasi; 8) 0,1000 n li xlorid kislotasi standart eritmasi; 9) taxminiy tayyorlangan 0,1 n li NaOH eritmasi; 10) β -metilumbelliferon (yoki (3-naftoxinolin, akridin) ning 0,1 % - li spirtli eritmasi.

Fluorescent indikatorlar va ular shulalanishini pH - oralig'i

№	Indikator	Shula rangi	pH oralig'i	Shu'la rangi
1	Salitsil kislotasi	Rangsiz	2,5 – 4,0	Ko'k
2	Fluorestsein	Sarg'ish	4 - 5	Yashil
3	Umbeliferon	Rangsiz	6,5 – 7,6	Havorang
4	Papaverin	Sariq	9,5 – 11,0	Havorang

Bilvosita fluorimetriya fluorescent indikator qo'llab titrlashning afzalligi shundan iboratki – bo'yoqli, yani rangli texnologik eritmalarda kislotasi yoki asos miqdorini aniqlash uchun neytrallanish usuli indikatorlarining rang o'zgarishini, albatta, sezib bo'lmaydi. Eritma qanday rangda bo'lishi yoki u suspenziya xolida bo'lsa ham pH ning jadvalda ko'rsatilgan oralig'ida indikatorlarda ravshan nurlanish seziladi. Titrlashni turiga ko'ra, ekvivalent nuqta qanday muhitga to'g'ri kelishiga qarab, tegishli indikator tanlanadi.

Taxminiy tayyorlangan NaOH eritmasini xlorid kislotasining standart eritmasi bilan lyuminescent indikator yordamida titrlash

Taxminiy tayyorlangan 1,0 n li NaOH eritmasidan 25 ml olib 250 ml li o'lchov kolbasiga solinadi, tamg'asigacha suv solib suyultiriladi va aralashtiriladi. 50 ml li byuretkasi NaOH ning taxminiy tayyorlangan 0,1 n eritmasi bilan 2–3 marta chayiladi va shu eritma bilan to'ldiriladi. Titrlash kolbasiga xlorid kislotaning 0,1000 n li standart eritmasidan 10,00 yoki 15,00 ml olib 1–2 tomchi β -metilumbelliferon indikatorini hamda aralashtirgich sterjen solinadi va titrlash kolbasini lyuminescent titrlash moslamasi ichiga o'rnatilgan magnitli aralashtirgich va UFO – 254 elektr tokiga ulanadi. Ultrabinafsha nurlari lyuminescent titrlash mosla-

masiga oʻrnatilgan titrlash kolbasidagi eritmaga yoʻnaltiriladi, by-uretkadagi ishqor bilan eritma yashil rangdagi zangori ravshan nurlanish hosil qilguncha titrlanadi va sarflangan NaOH miqdori koʻrsatkishidan yozib boriladi. Titrlashni uch marta takrorlanadi.

Titrlash natijalari

Olingan HCl, ml	Titrlashga sarflangan NaOH, ml	pH- indikatorlar	Nurlanish ranggi
10,00	-----		
10,00			
10,00			

NaOH eritmasining normalligini quyidagi formula asosida hisoblanadi.

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{N_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}}$$

Kontrol ish. Eritma tarkibidagi xlorid kislota miqdorini aniqlash

100 ml li oʻlchov kolbasida berilgan kontrol eritmani tamgʻasigacha distillangan suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi. Titrlash kolbasiga Mor pipetkasi yordamida 10 yoki 15 ml alikvot qism olinadi, ustiga 1–2 tomchi β -metilumbelliferon indikatori, aralashtirgich sterjenʼ solinadi va titrlashni xuddi NaOH ning normalligini aniqlashdagi kabi bajariladi.

Titrlash natijalari

Olingan HCl, ml	Titrlashga sarflangan NaOH, ml	pH- indikatorlar	Nurlanish ranggi
10,00			
10,00			
10,00			

Aniqlash natijalarini hisoblash quyidagi formula orqali amalga oshiriladi.

$$Q_{\text{kislota}} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot E_{\text{kis}} \cdot F}{1000}$$

Har bir titrlash uchun alohida Q_1 , Q_2 , Q_3 lar hisoblab topiladi.

Laboratoriya ishi №23

RANGLI (TEXNOLOGIK) ERITMADAGI SULFAT KISLOTA MASSASINI ANIQLASH

Ishning mohiyati: Kuchli kislotani ishqor bilan titrlashning ekvivalent nuqtasida $\text{pH} = 7$.

Shuning uchun, berilgan bo'yoqli eritmadagi H_2SO_4 ni ishqor bilan titrlashda β -metilumbeliferon indikatoridan foydalaniladi. Ish mohiyat e'tibori bilan alkalimetrik titrlashdan iborat.

Ishning bajarilishi:

1. VIO-1 UB lampasi yoqiladi.
2. Berilgan rangli nazorat eritmaga 1 tomchi β - metil umbeliferon indikatoridan tomizib, qorong'u kamerada UB nurlar ostida detsimolyar ishqor eritmasi bilan titrlanadi. Ekvivalent nuqtasigacha titrlash kolbasida kislotali muhit bo'lgani uchun xira shu'la kuzatiladi, ishqor tomchisi tushib aralashib ketguncha yorqin xavorang nurlanish aniq ko'rinadi. Ekvivalent nuqtada, 1 tomchi ortiqcha ishqor tushganda xavorang nurlanish yorqin va turg'un holda saqlanadi. Eritmadagi kislotaning massasi alkalimetrik titrlash usulidagi kabi

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4} / 1000$$

formulasi asosida hisoblanadi.

Nazorat savollari

1. Lyumenissentsiya hodisasining mohiyati nimadan iborat.
2. Stoks qonunining mohiyatini tushuntiring.
3. Lyumenistsentsiya turlari nimalardan iborat?
4. Vavilov qonunini tushuntiring
5. Fluorimetrning sxemasi va ish tamoyili nimadan iborat?

ELEKTROKIMYOVIY ANALIZ USULLARI

Eritmani elektrik (qarshilik, elektr yurituvchi kuch, tok kuchi kabi) xossalari o'lashga asoslangan usullar analiziga **elektrokimyoviy analiz usullari** deb ataladi.

Elektrodlarga tashqaridan kuchlanish berilishi yoki berilmasligiga ko'ra 2 turga tasniflanadi:

1. **Tashqi kuchlanish ta'sirida** eritmaning elektrik xossasini o'lchash: polyarografiya, amperometriya.

2. Elektrodlarga **kuchlanish bermasdan** eritmaning o'zida hosil bo'lgan galvanik element kuchlanishini o'lchash (potensiometrik usullar).

Bevosita usulda - o'lchangan fizik xossadan konsentratsiya bevosita hisoblanadi.

Bilvosita usulda - eritmaning elektrik xossasini qo'shilgan titrat hajmiga bog'liqligi o'lchanadi.

Birinchi tur elektrokimyoviy usullarga quyidagilar kiradi:

1. **Konduktometriya usulida** eritmaga tushirilgan bir xil elektrodlar orasidagi qarshilik (elektr o'tkazuvchanlik) o'lchanadi. Bu usul Om qonuni $E = J / R$ (E - kuchlanish (volt), J - tok kuchi (amper), R - qarshilik (om/sm^2))ga asoslangan.

2. **Polyarografiya usulida** tomchi simob (katod) va elektrolizer tubidagi simob (anod) orasidagi kuchlanish o'zgarishi bilan tok kuchining o'zgarishi o'lchanadi. Bu usul ham Om qonuniga asoslangan.

3. **Kulonometriya** - elektroliz natijasida elektrodlarda ajralgan modda massasini aniqlashga, u esa Faradey qonuniga asoslangan:

$$m = M \cdot J \cdot t / n \cdot F$$

Bu yerda: M – elektroda ajralayotgan moddaning molyar massasi,

J – tok kuchi (amperda), t vaqt (sekundlarda),

n – elektroddan olingan yoki unga berilgan elektronlar soni.

POTENSIOMETRIK ANALIZ USULI

Potensiometriya usulida elektrokimyoviy yacheykaga tushirilgan ikki xil (standart va indikator) elektrodalarda hosil bo'lgan kuchlanishlar (potensiallar) farqi (volt birligida) o'lchanadi.

Potensial o'zgarmasdan doimiy saqlanadigan elektrod **standart elektrod** deyiladi. Ular kumush xloridli ($\text{Ag}^0/\text{AgCl}/\text{KCl}$) va kalomel ($\text{Hg}^0/\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{KCl}$) elektrodleri kiradi. Elektrod potensialining qiymati Nernst tenglamasi

$$E_M = E^0 + 0,059 / n \lg [\text{ox}] / [\text{Red}]$$

asosida hisoblanadi.

Bu erda: E_M - muvozanat potensial, E^0 - standart potensial, n - elektronlar soni, $[\text{ox}]/[\text{red}]$ - oksidlangan va qaytarilgan shakl molyar konsentratsiyalarining nisbati.

Kumush va kalomel elektrodlerida kumush va simob metallari ularning juda oz eruvchan tuzlari bilan qoplangan. Cho'kmaning sirti to'yingan KCl eritmasi ta'sirida mutlaqo erimasligi sababli $[\text{ox}] / [\text{red}]$ nisbat o'zgarmas, shuning uchun elektrod potensial qiymati ham o'zgarmas bo'ladi.

Potensial aniqlanuvchi ion konsentratsiyasiga bog'liq elektrodler indikator **elektrodler** deyiladi. Bunday elektrodning potensial ham yuqorida keltirilgan Nernst tenglamasi bilan hisoblanadi va $[\text{ox}] / [\text{red}]$ nisbat o'zgarishi bilan indikator elektrodning potensial ham o'zgaradi.

Indikator elektrodleri 2 turli bo'ladi:

1. O'z tuzining eritmasiga tushirilgan metall plastinka. Masalan, CuSO_4 eritmasiga tushirilgan mis, kumush nitrat AgNO_3 tuzining eritmasiga tushirilgan kumush plastinka va hokazo.

$$E_M = E^0 + \frac{0,059}{n} \lg [\text{Cu}^{+2}] / [\text{Cu}^0] = 0,43 + 0,059 / 2 \lg [\text{Cu}^{2+}]$$

Metall plastinkadagi Cu^0 - miqdori o'zgarmasligi sababli elektrod potensialning qiymati eritmada $\text{Cu}(\text{II})$ ionlarining konsentratsiyasiga bog'liq.

2. Shisha elektrod sirtida membrana potensial hosil bo'ladigan - ion selektiv (tanlab ta'sirlanuvchi) elektrodler (membranali

elektrodlar). Ikkinchi tur elektrodlardan - eritmadağı vodorod ionlari konsentratsiyalarini pH metrlarda aniqlash uchun ishlatiladigan - shisha membrana elektrodleri ko‘p tarqalgan.

pH metrning tuzilishi va unda ishlash qoidalari

pH - metrik tahlil etiluvchi eritmaga tushirilgan standart (kalomel yoki kumush) va indikator (shisha membrana) elektrodleri hamda elektrodlardagi potentsiallar ayirmasini o‘lchovi uchun potentsiometr, titrlash uchun byuretkva va magnit aralashtirgichdan iborat.

Biror eritmaning pH qiymatini o‘lchashtan avval (bevosita usulda) pH metr standart bufer eritmalar asosida sozlanadi, so‘ngra tahlil etiluvchi eritmaning pH qiymati bevosita o‘lchanadi.

pH -metrni sozlash quyidagi standart bufer eritmalar vositasida bajariladi.

№	Bufer eritma	$t^0 = 20^0\text{C}$, pH	Bufer sig‘imi mol/l
1	0,05 mol/l kaliy gidrooksalat	1,68	0,070
2	0,25 m kaliy gidroftalat	6,88	0,029
3	0,01 m bura	9,22	0,02
4	Ca(OH) ₂ to‘yingan eritmasi	12,45	0,09

pH metrda ishlash qoidalari

1. pH metr tok manbaiga ulanadi.
2. Elektrodlar yuvgich bilan yuvilib filtr qog‘ozda artiladi.
3. Tekshiriluvchi eritma elektrolizer stakanchasiga quyiladi.
4. Elektrodlar uchi eritmaga botguncha eritmaga tushiriladi.
5. pH mili (strelkasi) ko‘rsatgan pH qiymati yozib olinadi.

Laboratoriya ishi №24

ERITMADAGI SULFAT KISLOTA MIQDORINI POTENSIOMETRIK USULDA ANIQLASH

Uskunaviy usullarning afzalliklaridan biri ularda titrlash indikatorsiz bajarilishidir. Shu imkoniyatni koʻrish maqsadida, metiloranj va fenolftalein indikatorlari qoʻllab boʻlmaydigan, rangli eritmadagi kislotani miqdorini aniqlash vazifa qilib beriladi.

Ishning bajarilishi:

Elektrokimyoviy yacheykaga - ya'ni 50 sm³ hajmli stakanchaga Mor pipetkasida oʻlchangan tekshiriluvchi kislotaning rangli eritmasidan quyiladi va magnitli aralashtirgich solinadi.

pH metrning elektrodleri yuvgichda yuviladi, filtr qogʻozida artiladi soʻngra yacheykadagi tekshiriluvchi eritmaga tushiriladi. Elektrodlerning uchi yacheykadagi magnit aralashtirgichdan 3–5 mm yuqoriroq holatda oʻrnatiladi (aks holda ish jarayonida aralashtirgich elektrodler uchini sindirishi mumkin). Tahlil etiluvchi eritmaning sathi elektrodler uchini qoplaguncha suv bilan suyultiriladi. Suyultirilganda eritma konsentratsiyasi kamaysada, undagi aniqlanuvchi moddaning miqdori oʻzgarmaydi. Elektrolitik yacheyka ustiga titri ma'lum ishqor eritmasi toʻldirilgan byuretkaga oʻrnatiladi.

Potensiometrik (pH - metrik) titrlash

Dastlabki holatda, titrlash boshlanmasdan avval, magnitli aralashtirgichni ishga tushirgan holda eritmaning pH qiymati pH metrning shkalasidan yozib olinadi.

Titrlash avvalida, ekvivalent nuqtaga yaqinlashguncha, titrant ishqor eritmasining qoʻshilgan har 2 sm³ eritmasidan keyin pH qiymatini ortishi kuzatiladi va tegishli qiymatlar quyidagi jadvalga yozib boriladi.

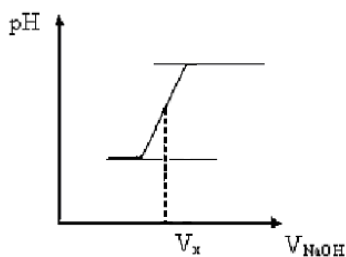
$V_{\text{NaOH}}, \text{ml}$	ΔV	pH	ΔpH	$\Delta \text{pH} / \Delta V$

Qo‘shilajak titrant hajmlari 2, 4, 6, 8 sm^3 so‘ngra 9, 9.5, 10, 10.5, 11, 12 undan keyin yana 2 ml dan 14, 16, 18, 20 sm^3 qo‘shilib, titrant va aniqlanuvchi eritma konsentratsiyalari taqriban teng bo‘lgan holda, sarflangan 9 - 11 sm^3 titrant hajmlarida pH ning keskin o‘zgarishi (titrlash sakramasi) kuzatiladi.

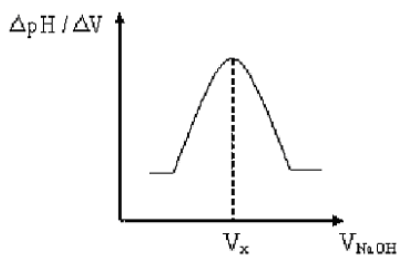
Yuqoridagi jadvalga yozilgan, qo‘shilgan titrant hajmi V_{NaOH} ga ko‘ra titrlanuvchi eritma pH qiymatlari asosida titrlashning integral egrisi chiziladi.

Ayrim hollarda, kuchsiz elektrolit titrlanganda titrlash sakramasi keskin bo‘lmasligi, balki yoyiqroq shaklda bo‘lishi mumkin, bunday hollarda titrlash egrisini differensial ko‘rinishi chiziladi.

Differensial titrlash egrisini chizish uchun qo‘shilgan titrang hajmini ortishiga ΔV mos kelgan ΔpH o‘zgarishlari hisoblanadi va $\Delta \text{pH} / \Delta V$ qiymatlarini qo‘shilgan titrant hajmi (V_{NaOH}) dan bog‘lanish differensial egrisi chiziladi.



titrlashning integral egrisi



titrlashning differensial egrisi

Integral egrining cho‘qqidan yoki differensial egrisining cho‘qqisidan absissa o‘qiga tushirilgan perpendikular ekvivalent nuqta (e.n.) ga tegishli titrant hajmini (indicatorsiz) topishga imkon beradi.

Aniqlanishi lozim bo‘lgan kislotaning massasi titrimetrik usullarda ishlatilgan quyidagi formula asosida hisoblanadi.

$$m_k = \frac{\mathcal{E}_k \cdot C_{NaOH} \cdot V_{NaOH}}{1000V_{a.lk}} \text{ g}$$

m_k - tahlil etiluvchi kislota eritmasining $V \text{ sm}^3$ hajmidagi kislotaning massasi.

\mathcal{E}_k - aniqlanayotgan kislotaning ekvivalenti.

C_{NaOH} va V_{NaOH} titrant (ishqor eritmasi)ning konsentratsiyasi va ekvivalent nuqtada sarflangan hajmi, V_{alk} aniqlanuvchi kislota rangli eritmasining titrlash uchun olingan hajmi.

Laboratoriya ishi № 25.

FOSFAT KISLOTA MIQDORINI POTENSIOMETRIK ANIQLASH

Kerakli asboblari, idishlar va reagentlar. 1) Lampali pH-metr millivoltmetr; 2) Shisha elektrod va kumush xloriddan tuzilgan datchik; 3) Magnitli aralashtirgich; 4) Titrlash stakanlari, hajmi 150 ml-3 ta; 5) Yuvgich; 6) Pipetka 20 yoki 25 ml.li-1 ta; 7) O'lov kolbalari 200 yoki 250 ml- 3ta; 8) Byuretka 25 ml.li 1 ta; 9) 0,1H HCl standart; 10) Taxminan 0,1 H NaOH eritmasi.

Ishning bajarilish usuli. Asbobning “t”, “±” va o'lov diapozoni ($\text{pH} = -I - I^9$) knopkalarini bosib so'ngra uni tumbler yordamida tokga ulanadi. Ish boshlanguncha asbob kamida 5 min. qizishi kerak.

Titrlash stakaniga pipetka yordamida 20 yoki 25 ml titrlanadigan kislota (fosfat yoki xlorid kislotasi) va shu stakan ichiga avaylab aralashtirgich sterjen tushiriladi. Eritma taxminan 50 ml gacha distillangan suv bilan suyultiriladi. Elektrodning eritmaga botirilgan qismi yuvgich yordamida yuviladi. Titrlash stakanini eritmasi bilan magnitli aralashtirgich ustiga qo'yiladi va eritmaga elektrodlar tushiriladi. Bunda elektrodlar idish tubiga 1 sm yetmay turishi va shu bilan birga eritmaga 1,0-1,5 sm botirilgan bo'lishi kerak.

Byuretka natriy gidroksid standart eritmasi bilan to'ldiriladi va shtativga maxkamlanib titrlash stakaniga to'g'rilanadi. Magnit aralashtirgich elektr tokiga ulanadi va aralashtirish tezligi regulirovka qilinadi (bunda havo varonkasi hosil bo'lmasligi kerak).

Px knopkasi bosiladi va 1–2 minutdan soʻng titrlanayotgan eritmaning dastlabki pH i yozib olinadi. Titrlashda dastlab 4–5 ml dan, pH oʻzgarishi tezlashgach esa 1 ml dan olinadi va har bir titrant qoʻshilgandan soʻng koʻrsatishi va pH yozib boriladi. pH oʻzgarishi kamaygach ikkinchi sakrama boshlangunga qadar 2–3 ml dan qoʻshiladi va titrlashni ikkinchi sakrama tugaguncha davom ettiriladi. Birinchi titrant sarflanishi grafik yoki hisoblash usuli yordamida aniqlanadi.

Qayta aniq (ikkinchi, uchinchi va hok.) titrlashlarda, birinchi titrlashda topilgan ekvivalent nuqtaga taxminan 0,5 ml kam miqdordagi titrantni byuretkadan titrlash kolbasiga qoʻshiladi. Soʻngra tegishli knopka bosilib aniq pH lar shkalasi ulanadi va byuretka koʻrsatgichi hamda pH qiymati yozib olinadi. Titrlashni 2 tomchidan tomizib davom ettiriladi va har 2 tomchidan keyin umumiy tomchilar soni va pH koʻrsatgichi yozib olinadi. Tomchilab titrlashni birinchi sakrama tugallanib, eritma pH i 2 tomchidan deyarli oʻzgarmaguncha davom ettiriladi va yana byuretka koʻrsatgichi hamda pH qiymati yozib olinib ikkinchi ekvivalent nuqtaga 0,5 ml qolguncha byuretkadan titrant qoʻshiladi. Byuretka koʻrsatgichi va pH qiymati yozib olinadi, soʻngra 2 tomchidan titrlashni davom ettiriladi har gal qoʻshilgan tomchilar soni va pH qiymati yozib boriladi. Ikkinchi sakrama tugallangach titrlash toʻxtatiladi, oxiri 2 tomchidan soʻng byuretka koʻrsatgichi va tegishli pH qiymati yozib olinadi.

Har gal titrlash tugallangandan keyin eritmani yangilash oldidan albatta zanjirdagi qora knopka (9) bosib qoʻyiladi.

Oʻquv ishi. 0.1 H HCl standart eritmasi yordamida taxminiy natriy gidroksid eritmasini standartlash.

Titrlash stakaniga pipetka yordamida 20 ml 0,1 H HCl (yoki H₂SO₄) standart eritmasidan olinadi va uni yuqorida keltirilgan metodika asosida NaOH ning standartlanadigan eritmasi bilan titrlanadi. Titrlashni kamida uch marta takrorlanadi.

Xlorid kislotani NaOH bilan titrlash natijalari.

I-titrlash			2-titrlash			3-titrlash		

Ekvivalent nuqtada sarflangan titrantning o'rtacha miqdori

$$V_{\text{titrant}} = \dots \text{ml}$$

NaOH normalligini hisoblash: quyidagi formula asosida amalga oshiriladi:

$$N_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} = N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}$$

Kontrol ish. Fosfat kislotasini aniqlash. Aniqlash usuli yuqorida keltirilgan. O'lchov kolbasidagi kontrol eritmani (chizig'igacha) belgisigacha distillangan suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi. Pipetka yordamida alikvot qism olib titrlanadi. Titrlashni kamida uch marta takrorlash kerak.

Titrlash natijalari jadval shaklida yoziladi. Fosfat kislotasi miqdorini 1- va 2-ekvivalent nuqtalaridan, quyidagi formuladan foydalanib topiladi:

$$N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot \frac{Q_{\text{H}_3\text{PO}_4}}{1000 \cdot V_{\text{pipetka}}} = \vartheta_{\text{H}_3\text{PO}_4} \cdot V_{\text{kolba}}$$

a) birinchi ekv. Nuqta uchun $\vartheta_{\text{H}_3\text{PO}_4} = M_{\text{H}_3\text{PO}_4}$

b) ikkinchi ekvivalent nuqta uchun $\vartheta_{\text{H}_3\text{PO}_4} = M_{\text{H}_3\text{PO}_4/2}$

Birinchi ekvivalent nuqtadan foydalanib topilgan natija aniqroq hisoblanadi.

Topilgan fosfat kislotasi miqdori ... mg, haqiqiy qiymati ... mg.

Aniqlanish xatosi ... %

POLYAROGRAFIK ANALIZ USULI

Metodning mohiyati. Elektrodlarda bir meyorda va asta-sekin ortib boruvchi kuchlanish berilganda analiz qilinadigan eritmani elektroliz qilinadi. Bunday elektroliz jarayonida tok kuchining

kuchlanish qiymatiga bog‘liqligi asbob (polyarograf) yordamida chiziladi. Bunday egri chiziq, vol’tamper egrisi yoki polyarogramma deyiladi. Bu analiz qilinadigan eritmaning ham sifat, ham miqdoriy tarkibini aniqlashga imkon beradi. Elektrolitning muhim sharoitlari quyidagilardan iborat. Avvalo, eritma aniqlanadigan komponentning oksidlanish yoki qaytirilish jarayoni boradigan asosiy elektrod ishchi sirt maydoni juda kichik bo‘lib, 2–3 kvadrat millimetrdan oshmasligi kerak. Klassik polyarografiyada bu elektrod egiluvchan plastmassali shlang orqali tozalangan simobli rezervuarga biriktirilgan ingichka shisha kapillyardan tomib turuvchi kichkina simob tomchisidan iboratdir. Ikkinchi, yordamchi yoki solishtirma deb ataladigan elektrodning sirt yuzasi esa katta bo‘lishi kerak. Ko‘pincha solishtirma elektrod sifatida polyarografiyalanadigan eritmaga elektrolitik kalit orqali ulangan katta to‘yingan kalomel elektrod olinadi.

Elektrodlardan biri juda kichik bo‘lganligi tufayli zanjirdagi tok kuchi kuchlanish o‘zgarishi bilan katta oraliqda o‘zgarsa ham bari-bir juda kichik qiymatga egadir. Shuning uchun mikroelektrodda hatto bir necha o‘n minut davomida o‘zaro ta’sir etuvchi modda miqdori, faradey qonuniga muvofiq o‘zgaradi. Polyarografiyalanadigan eritmada gi moddaning umumiy miqdoridan juda kamdir. Demak, bundan, aniqlanadigan modda konsentratsiyasini uzoq vaqt polyarografiyalanganda ham o‘zgarmas deb hisoblasa bo‘ladi.

Tok kuchining kichik bo‘lishiga qaramasdan, juda kichik sirtga ega bo‘lgan ishchi elektrodda tok zichligi kattadir, lekin juda katta sirtga ega bo‘lgan yordamchi elektrodda esa o‘ta kichikdir. Shuning uchun tashqi kuchlanishning ortishi bilan faqat ishchi elektrod potentsiali o‘zgaradi, yordamchi elektrod potentsiali esa deyarli o‘zgarmaydi va uning muvozanat qiymatiga ega bo‘lib qolaveradi. Polyarografik analizning so‘nggi sharti quyidagicha polyarografiyalanadigan eritmaga albatta polyarogrammasi olinadigan potentsiallar oraligida ishchi elektrodda oksidlanish yoki qaytarilish reaksiyalariga kirishmaydigan juda ko‘p miqdordagi indifferent elektrolit olinadi. Bunday elektrolitni polyarografik fon deyiladi. Fonning asosiy vazifasi eritmaning elektr o‘tkazuvchanligini oshirishdan va shu bilan birga qutbsizlanayotgan zarracha-

larning elektrodlar orasida elektr maydon ta'siri ostidagi harakatining oldini olishdan iborat. Bu zarrachalar faqat diffuziya ta'siridagina harakatlanishi kerak.

Polyarogramma yoki vol'tamper egrisi 5 - rasmda tasvirlangan ko'rinishga ega. Polyarogrammadagi pog'onalar yoki "to'lqinlar" soni mikroelektrodlarda katod yoki anod potensialining ortishi bilan birin-ketin boradigan turli elektrod reaksiyalari soniga teng. Har bir to'lqin elektrodning u yoki bu qaytarilish jarayoniga to'g'ri keladi. Har bir polyarografik to'lqin uchta simmetrik parametrlar qiymati bilan karakterlanadi: a) yarim to'lqin potentsiali $E_{1/2}$; b) chekli tokning to'lqin balandligi va v) to'lqinning tikligi.

Yarim to'lqin potentsiali deb to'lqinning yuqori egik qismining boshlanish nuqtasiga to'g'ri keladigan potensial qiymatiga aytiladi. Chekli tok - bu to'lqinning yuqori maydonchasi ma'lum nuqtasidagi tok kuchi bilan huddi shunday absissali toza fon (o'zida qaytariladigan ionlar yoki birikmalar tutmagan indifferent elektrolit) eritmasi polyarogrammasi nuqtasiga to'g'ri keluvchi tok kuchi orasidagi farqdan iborat (ya'ni rasm-5 da g va g1 nuqtalariga to'g'ri keluvchi tok kuchlari farqi).

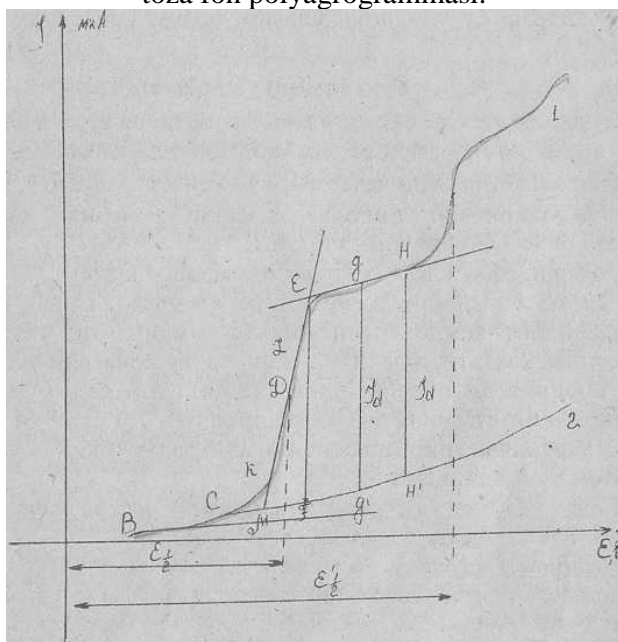
Odatda amalda toza fon elektrolita polyarogrammasi alohida chizilmaydi va shuning uchun chekli tokni uchta urinmalar o'tkazish usuli bilan aniqlanadi.

To'lqinning pastki to'g'ri chiziqli (BC) qismini chizg'ich yordamida o'ng tomonga chizib davom ettiriladi (BH1), to'lqinning yuqori to'g'ri chiziqli (gH) qismini esa aksincha chapga chizib davom ettiriladi. So'ngra to'lqinning yuqorilayotgan to'g'ri chiziqli tik (KZ) qismini ikkala tomonga davom ettirilib ekstrapolyasiya qilinadi. Buning natijasida kesishgan (E va M) nuqtalar hosil bo'ladi. M nuqtadan potentsiallar (absissa) o'qiga parallel MR chiziq, o'tkaziladi va E nuqtadan bu MF to'g'ri chiziqqa perpendikulyar tushiriladi (EF chiziq).

To'lqinning tikligi deb Em to'g'ri chizig'i bilan potentsiallar o'qi orasidagi tangens α burchakga ($tg\alpha$) aytiladi. To'lqinning tikligi mikroelektroda zaryadsizlanayotgan zarrachalar va elektrod raeksiyalarida ishtirok etayotgan elektronlar soniga proporsionaldir.

Yarim to'liqin potentsiali elektrokimyoviy reaksiya tabiatiga va fon elektrolit tabiati hamda konsentratsiyasiga bog'liqdir, ammo zaryadsizlanayotgan zarrachalar konsentratsiyasiga bog'liq emas. Agar standart tarkibga ega bo'lgan fonda polyagrafiyalash o'tkazilsa va shu fondagi turli ionlar yarim to'liqin potentsiallari jadvalidan foydalanilsa, yuqorida

Rasm-5. 1) Tarkibida uchta komponent tutgan eritma polyarogrammasi; 2) polyarografik aktiv ionlari yoki birikmalari bo'lgan toza fon polyarogrammasi.



topilgan yarim to'liqin potentsiali qiymati zaryadsizlanayotgan zarrachalar tabiatini aniqlashga imkon beradi. Bu sifat polyarografik analizi mohiyatini ifodalaydi. Miqdoriy polyarografik analiz boshqa hamma faktorlar doimiyligi sharoitida chekli tok (yoki to'liqin balandligi) va zaryadsizlanayotgan zarrachalar konsentratsiyasi proporsianalligiga asoslanadi.

$$I_d = K * C \text{ yoki } H = K^1 * C$$

Chekli tok “K” konstanta depolyarizator tabiatiga, haroratga fon tarkibiga va tomayotgan simobli elektrod harakteristika “m” va “τ” ga, shuningdek tomayotgan elektrod kapillyarning geometrik o‘lchamlari hamda simob ustunining balandligiga ham bog‘liqdir. Miqdordan bu bog‘lanish quyidagi formula orqali ifodalanadi:

$$K = 0,627n \cdot FD^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6}$$

bunda, n – elektrod reaksiyalarida ishtirok etuvchi elektronlar soni, F – faradey doimiyligi (96489 kulon), D – zaryadsizlanayotgan zarrachalar diffuziyasi koeffitsienti, τ – tomayotgan elektrodning tomchilash davri, m – simobning kapillyardan oqib tushishi o‘rtacha tezligi.

Polyarografik analiz metodining afzalliklari:

1) tez bajarilishi; 2) bir polyarogrammadan bir vaqtning o‘zida bir necha komponentni aniqlash mumkinligi; 3) metodning universalligi, deyarli barcha anorganik ionlarni va organik birikmalarning ko‘pchilik qismini aniqlash mumkin; 4) metodning yetarlicha yuqori sezgirliigi - $1,0 \cdot 10^{-6}$ M gacha konsentratsiyali eritma tarkibini aniqlash mumkin. Metodning aniqligi-2–3%

Laboratoriya ishi №26.

ARALASHMADAGI METALLARNI SIFAT VA MIQDORIY TARKIBINI ANIQLASH

Metodning mohiyati. Amiakli bufer aralashmada cho‘kmaydigan ionlar aralashmasining sifat tarkibini va ularning miqdorini aniqlash klassik analizda murakkab masaladir: Polyarografiya metodi esa bu masalani tez va oson hal etadi. Rux, mis, kadmiy va boshqa ionlar 1M ammiak va ammoniy xloriddan tayyorlangan ammiakli bufer aralashma fonida bir-biridan kamida 0,2 V ga farq qiladigan (bundan rux va kobalt ionlari mustasno, chunki bu fonda ularning yarim to‘lqin potentsiallari bir-biriga juda yaqindir) aniq

katodli polyarografik to'liqlarni beradi. Shunday qilib, analiz qilinadigan eritmani ammiakli bufer aralashmada polyarogrammasi olinadi va yarim to'liqin potentsiallari aniqlanadi. Aniqlangan yarim to'liqin potentsiallari 1-jadvalda keltirilgan tegishli qiymatlari bilan solishtirib, eritmada qanday ionlar ishtirok etayotganligini oson aniqlash mumkin. Eritmada rux yoki kobalt ishtirok etayotganligini aniqlash uchun polyarografilanadigan eritmaning rangiga e'tibor berish kerak (kobalt ammiak bilan sariq rangli, rux esa rangsiz kompleks hosil qiladi), yoki yarim to'liqin potentsiali turlicha bo'ladigan standart fon ishtirokida polyarogrammalari chiziladi.

Kerakli asboblari, idish va reagentlar: 1) Polyarograf 2) 2 ta 50 ml.li o'lchov kolbalari; 3) 5 va 2 ml.li o'lchov kolbalari; 4) 25 ml.li avtomatik ravishda to'ladigan byuretka, (ammiakli bufer aralashma uchun); 5) ammiakli standart bufer aralashma; 6) yuvgich; 7) natriy sulfit tuzining to'yingan eritmasi 8) 0,1 % li jelatin eritmasi.

Analizning bajarilishi usuli. 50 ml li o'lchov kolbasidagi kontrol eritmaga byuretka yordamida 25 ml ammiakli bufer 2,5 ml natriy sul'fit eritmasi va 1,0 ml jelatin eritmasi qo'shiladi, so'ngra kolbaning belgisigacha distillangan suv solib suyultiriladi. 4–5 minutdan so'ng tayyorlangan eritmaning polyarogrammasini olishga kirishiladi.

Polyarograf ish boshlashdan kamida 30 min. oldin elektr tokiga ulangan bo'lishi va asbobning to'la ish holatida ekanligini laborant yoki o'qituvchi tekshirishi kerak.

Polyarograf datchigi ishga quyidagicha tayyorlanadi: dastlab simob tomchilarini yig'ish uchun kapillyar tagiga suvli stakan qo'yiladi va simobli rezervuarni pastki halqadan olib yuqori halqaga o'rnatiladi. Elektrolitik kalitning eritmaga botiriladigan qismini va tomchilayotgan simobli mikroelektrod kapillyarini yaxshilab distillangan suvda yuviladi, so'ngra quruq, kulsiz filtr yordamida avaylab artiladi (elektrolitik kalit va kapillyarning ishchi sirtlari toza va quruq bo'lishi kerak). Simobning bir tekis tomayotganligi tekshirib ko'riladi. Toza elektrolizer aniqlanadigan eritma bilan 2–3 marta chayiladi va elektrolizerning ingichka qismi shu eritma bilan

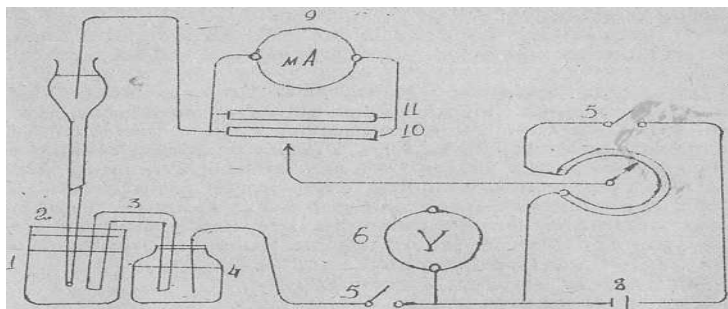
to'ldiriladi. Avtomatik o'zi yozadigan galvanometr qalamini dastlabki (ya'ni qog'oz lentasining o'ng chetiga) hodatiga o'rnatiladi. "Tok diapazonini" "40" (1:1) holatiga qo'yiladi.

Dastak va knopkalar yordamida kuchlanishni 1,7 V ga o'rnatiladi va elektrolizer ulanadi. "Tok diapazoni" qayta ulagichni shunday holatga o'rnatiladiki, bunda o'ziyozgich (o'zi yozar) raqami qog'oz lentasining eni bo'ylab harakatlansin, lekin uning chegara doirasidan chiqib ketmasin. Boshlang'ich kuchlanishni 0,2 v ga o'rnatiladi. Bunda o'zi yozgich qalami lentaning o'ng chetiga qaytish, ammo uning chegarasidan chiqib ketmasligi kerak. Aks holda qalamni dastlabki holatga o'rnatishga to'g'ri keladi. Bulardan so'ng esa polyarogrammani olishga kirishiladi. Buning uchun yetarli yoyilma (razvertka) amplitudasi va kerakli yoyilma tezligi o'rnatiladi, qalamni qog'oz lentasiga tushiriladi, lentani harakatga keltiruvchi motor ulanadi va qalam qalin gorizontol chiziqqa etishi bilan oq, "pusk" knopkasini bosib qo'yiladi (bunda yoyilma ulanadi).

Polyarogramma olinib bo'lgach "To'xtatgich" ("Stop") knopkasi va "Tushirish yoyilmasi" ("Sbros razvertki") knopkasi bosiladi, so'ngra tegishli knopkani bosib lenta harakati to'xtatiladi. "Imitator-datchik" qayta ulagichdagi qora knopkani bosib datchik o'chiriladi. Elektrolizer datchikdan ajratiladi va uning ichidagi simob hamda eritma, suvli stakanga quyiladi, kapillyar va elektrolitik kalitning ishchi sirlari distillangan suv bilan yahshilab yuviladi va filtr qog'ozi yordamida artib quritiladi.

Olingan polyarogrammani qayta ishlash. Olingan polyarogrammaning yuqorisiga "Analiz qilinadigan eritmaning ammiakli bufer (1M ammiak va 1 M ammoniy xlorid) aralashma fonida olingan polyarogrammasi". Polyarogramma olingan sana (kun, oy va yil) ko'rsatiladi. Chizg'ich yordamida koordinata o'qlari chiziladi. Polyarogrammaning yuqorisiga "Analiz qilinadigan-eritmaning ammiakli bufer (1 M ammiak va 1 M ammoniy xlorid) aralashma fonida olingan polyarogrammasi". Polyarogramma olingan sana (kun, oy va yil) ko'rsatiladi. Chizg'ich yordamida koordinata o'qlari chiziladi. Polyarogrammaning boshlanish nuqtasini va masshtabini bilgan holda absissalar o'qiga potensial-

lar qiymatlari (0; 0,1; 0,2; 1,8v), ordinatalar o'qiga esa tok qiymatlari (mkA) qo'yiladi. Har bir to'qlinning yuqorilayotgan tik qismining o'rtasidan potentsiallar o'qiga perpendikulyar tushiriladi va yarim to'qlin potentsiallari qiymati 0,02 v aniqlikda topiladi. Yarim to'qlin potentsialining hamda to'qlinlar uchun topilgan qiymatlari qalam bilan polyarogrammaning tegishli to'qlinlariga va jurnalga yoziladi. Polyorogramma jurnalga yelimlanadi.



Rasm 6. Oddiy polyarografik qurilma sxemasi.

1 – Elektrolizyor; 2 – Tomib turadigan mikroelektrod; 3 – elektrolitik kalit; 4 – kalomel elektrodi; 5 – Ulagich; 6 – voltmetr; 7 – kuchlanish taqsimlovchisi; 8 – akkumlyator; 9 – mikroampermetr; 10 – sezgirlik shunti; 11 – sezgirlik shuntiga ulangan qo'shimcha qarshilik.

Analiz qilingan eritmaning miqdoriy tarkibini birinchi standart bilan solishtirish metodi orqali aniqlash

Aniqlash prinsipi quyidagicha analiz qilinadigan eritma polyarogrammasi olingan sharoitda huddu shunday sifat tarkibga ega bo'lgan va komponentlari konsentratsiyalari analiz qilinadigan eritma komponentlari konsentratsiyalariga yaqin bo'lgan standart eritma polyarogrammasi olinadi. Ikkala polyarogrammadagi hamma to'qlinlar balandliklari o'lchanib, aniqlanadigan eritmada noma'lum konsentratsiyalar, depolyarizator konsentratsiyasi va to'qlin balandligi orasidagi proporsionallik qonuni asosida hisoblanadi.

Kerakli asboblari, idish va reagentlar huddi 1-ishdagi kabi va qo‘shimcha:

1) aniqlanadigan eritmada topilgan ionlar standart eritmalarini. Bu eritmalarini o‘lchash uchun 25, 50 ml.li byuretkalar.

Analizning bajarilish usuli. 50 ml.li o‘lchov kolbasiga 1-ishdagi aniqlanadigan eritmada topilgan ionlarning standart eritmalaridan ma’lum miqdordan quyiladi va ustiga 25,0 ml ammiakli bufer aralashma, 2,5 ml natriy sulfiting to‘yingan eritmasi, 1,0 ml 0,1% jelatina eritmasi va kolbaning belgisigacha distillangan suv quyiladi, Eritma yaxshilab aralashtiriladi va 5 minutdan so‘ng huddi 1-ishdagi kabi analiz qilinadigan eritmaning polyarogrammasi olingan sharoitda, uning polyarogrammasi olinadi. Polyarogramma olish metodikasi 1-ishda batafsil bayon etilgan.

Tayyorlangan mis, rux standart eritmalarining tarkibi.

50 ml li o‘lchov kolbasiga byuretkalardan: mis...ml, ruh.... ml, va hakazo eritmalarini olinadi. Yuqorida qayd qilingan hamma kationlar har birining konsentratsiyalari 0,01 M ga teng. Shu kolbaning o‘ziga 25 ml ammiakli bufer 2,5 ml natriy sul’fit to‘yingan eritmasi va 1,0 ml, 0,1 % li jelatina eritmasi solinadi. Hosil bo‘lgan eritma distillangan suv bilan kolbaning belgisigacha suyultiriladi va yaxshilab aralashtiriladi. Eslatma: Hamma aniqlanadigan kationlarning qo‘shilgan standart eritmalarining umumiy hajmi 22 ml dan oshmasligi kerak. Tayyorlangan standart eritmalaridagi har bir kationning konsentratsiyasi quyidagi formula bilan hisoblanadi.

$$c_{Me} = \frac{M_{st} \cdot V_{st} \cdot A_{Me}}{50}$$

bu yerda M_{st} – kationning dastlabki standart eritmasining molyarligi;

V_{st} – kationning dastlabki standart eritmasidan qo‘shilgan hajmi;

A_{Me} – kationning atom massasi; 50-o‘lchov kolbasining hajmi.

Olingan natijalarni qayta ishlash

Polyarogrammaga koordinata o'qlari chiziladi va potentsiallar shkalasi absissalar o'qiga joylashtiriladi. Polyarogrammaning yuqorisiga ionlarning standart eritmasining ammiakli bufer standart eritmasi fonida olingan polyarogrammasi deb yoziladi. To'liqlarning balandliklarini o'lchash natijalari va standart eritmadagi ionlar konsentratsiyalari

Eritma	To'liq balandligi h, mm larda				Aniqlanadigan ionlar konsentratsiyasi C _{Me} mg/ml larda			
	Cu	Cd	Ni	Zn	Cu	Cd	Ni	Zn
Standart Aniqlanadigan								

Aniqlanadigan ionlar konsentratsiyalarini aniqlash natijalari va ularning namunadagi umumiy miqdorini hisoblash

Har bir ionning konsentratsiyasini quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$C_x = C_{st} \cdot H_x / H_{st}$$

topilgan konsentratsiyani o'lchov kolbasining hajmiga ko'paytirib ionning namunadagi milligramlarda ifodalangan umumiy miqdorini aniqlanadi.

Analiz natijalari: mg. topildi.

Eslatma: Agar tayyorlangan standart eritmadagi alohida kationlar konsentratsiyasi aniqlanadigan kationlar konsentratsiyasidan keskin farq qilsa, u holda yangi standart eritma tayyorlanadi va uning polyarogrammasi olinadi.

1-jadval. Standart ammiakli bufer fonida ayrim anorganik ionlarning yarim to'liq potentsiallari

Kation	E _{1/2}	Kation	E _{1/2}	kation	E _{1/2}
Mis(I)	-0,24	Palladiy(II)	-0,72	Nikel	-1,10
Mis(II)	-0,54	Vanadiy(V)	-0,97	Kobalt(II)	-1,38
Kadmiy	-0,81	Vanadiy(V)	-1,26	Rux	-1,36

AMPEROMETRIK ANALIZ

Amperometrik titrlash voltamperometriyaning titrimetrik ko'rinishi bo'lib, unda titrlashning ohirgi nuqtasini topish uchun titrlash davomida o'zgaradigan to'yingan diffuzion tok o'lchanadi. To'yingan diffuzion tok bilan konsentratsiya orasida $I_d = kc$ bog'lanish bor. Amperometrik titrlashning Ya. Geyrovskiy tomonidan tavsiya etilgan dastlabki ko'rinishida aniqlanadigan moddani titrlashda davomida titrantning har bir ulushini qo'shgandan keyin eritmaning polyarogrammasi alohida- alohida ketma-ket tushiriladi va shu asosda titrlash egri chizig'i chizilib titrantning hajmi aniqlanadi. Titrlashning oxirgi nuqtasini bunday topish ancha ko'p vaqtni talab qiladi. Shuning uchun Meer (1936-y.) amperometrik titrlash tartibiga o'zgartirish kiritdi. U depolyarizator konsentratsiyasining diffuzion tokka mutanosibligidan foydalandi.

Elektrodga depolyarizatorning diffuzion toki sohasiga to'g'ri keladigan tegishli o'zgarmas potensial berilsa, konsentratsiyaning o'zgarishi diffusion tok o'zgarishiga mutanosib bo'ladi. Diffuzion tok qiymatini titrlashning har bir nuqtasida qayd qilib, titrlashning oxirgi nuqtasini topish mumkin. Hozirda amperometrik titrlashning shu ko'rinishi ishlatiladi.

Amperometrik titrlash usullari ishlatiladigan elektrodlar tizimiga qarab quyidagilarga bo'linadi:

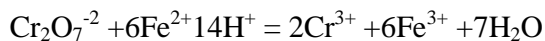
- 1) Bitta indikator elektrodli amperometrik titrlash;
- 2) Ikkita indikator elektrodli amperometrik titrlash (biamperometrik titrlash); Amperometrik titrlash selektiv usullardan bo'lib, indikator elektrodining potentsiali va erituvchini tanlash asosida bir yoki bir nechta tarkibiy qismni titrlash mumkin. Amperometrik titrlashda reaksiyada ishtirok etayotgan moddalardan biri elektr aktiv bo'lmasa, eritmaga maxsus elektr aktiv bo'lgan indikator modda deb ataladigan modda qo'shiladi. Amperometrik titrlashning o'ziga xos xususiyatlaridan biri shuki, u barcha reaksiyalar turlari bo'yicha qo'llanilganda ham aniqligi yuqoridir. Amperometrik titrlashda indikator elektrodi sifatida turli xil metallar (inert) ishlatiladi. Taqqoslash elektrodi sifatida kumush xloridli, merkuriy yodid, to'yingan kalomel va boshqalar ishlatiladi. Suvsiz eritmalarda titrlash uchun ikkita indi-

kator elektrodli usul qulay. Bunda har ikkala indikator elektrodi bir eritmaga tushiriladi. Bitta indikator elektrodi bo'lgan amperometrik titrlashda taqqoslash elektrodini tanlash muhim ahamiyatga ega. Ayniqsa suvsiz erituvchilar muhitida titrlashda bunga alohida e'tibor berish kerak. Kalomel va kumush galogenidli elektrodni ishlatish suvdagi eritmalarda yaxshi natijalar bersada, suvsiz eritmalarda simob(I) xloridi eriganligi va oksidlanish-qaytarilish jarayonlarida ishtirok etganligi, kumush galogenidlari esa kompleks hosil bo'lish jarayonlarini kuchaytirganligi uchun ham suvsiz eritmalarda titrlaganda taqqoslash elektrodi sifatida platina plastinkasini ishlatish maqsadga muvofiq. Amperometrik titrlashda fon elektrolitini tanlash ham muhim ahamiyatga ega bo'lib u olingan erituvchida yaxshi erishi, kimyoviy va elektr kimyoviy jihatdan befarq bo'lishi zarur. Fon elektroliti titrlash o'tkaziladigan potensial qiymatlarida oksidlanmasligi yoki qaytarilmasligi kerak. Amperometrik titrlashning yana bir o'ziga xos jihati shuki tarkibida bir necha moddalar bo'lgan aralashmalarni ham tahlil qilish imkonini berishidir. Bu usul yordamida tarkibida 4–5 modda bo'lgan aralashmani titrlash mumkin. Amperometrik titrlashning sezuvchanligi potensimetriyaga nisbatan ikki tartib yuqori 10^{-6} va undan yuqori, aniqligi ham yuqori bo'lib, xatolik 1% dan oshmaydi.

Laboratoriya ishi №27

KALIY DIXROMAT MIQDORINI ANIQLASH

Ishning mohiyati: oksidlovchining analiz qilinadigan eritmasi alikvot qismini sulfat kislotasi ishtirokida Fe(II) (mor) tuzi eritmasi bilan amperometrik titrlashdan iborat. Titrlashning oxirgi nuqtasini Pt indikator elektrodining potentsiali 0,9-1,0 v ga (to'yingan kalomel elektrodi) teng bo'lgandagi Fe(II) ionlarining paydo bo'ladigan elektrokodlanish tokidan aniqlanadi. Titrantning havo kislorodi bilan oksidlanishga yetarlicha barqaror emasligi tufayli uning aniq normaligi kaliy bixromatning birlamchi standart eritmasi yordamida dastlab titrlab olinadi. Fe(II) va bixromat ionlari o'rtasida reaksiya quyidagicha sodir bo'ladi:



Ushbu metod yordamida aniq va yetarlicha selektivlik bilan kuchli oksidlovchilarnigina emas, balki oson va miqdoran ekvivalent miqdordagi kuchli oksidlovchiga aylantirish mumkin bo'lgan har qanday ionlar yoki molekullarni (masalan, ammoniy persulfatning ortiqcha miqdori bilan katalizator sifatidagi kumush ionlari ishtirokida qizdirilganda Mn^{2+} , Cr^{3+} , VO^{2+} , Tl^+ , Ce^{3+} , ionlari oson va to'la MnO_4^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$, VO_3^- , Tl^{3+} , Ce^{4+} ionlariga aylanadi.) aniqlash mumkin. Persulfatning ortiqcha miqdori bir oz qaynatish yordamida yo'qotiladi. Ushbu metod yordamida ikki yoki uchta oksidlovchilar aralashmasini ham alohida-alohida aniqlash mumkin.

Kerakli asboblari, idishlar va reagentlar.

- 1) Platina indikator elektrodi bilan amperometrik titrlashni o'tkazuvchi qurilma.
- 2) Sig'imi 250 ml li 3 ta o'lchov kolbalari;
- 3) Sig'imi 25–50 ml li 1 ta o'lchov silindri;
- 4) Sig'imi 25 ml li 1 ta byuretka;
- 5) Sig'imi 20 yoki 25 ml li 1 ta pipetka;
- 6) Sig'imi 250–300 ml li 3 ta titrlash stakanlari;
- 7) 1 ta yuvgich (suvi bilan);
- 8) 0,23–0,30 n li Mor tuzi standart eritmasi;
- 9) 0,25 n li kaliy bixromatning birlamchi standart eritmasi;
- 10) 6 n.li sulfat kislota.

Ish uchun zarur bo'lgan standart eritmalarini ularning yuqori konsentratsiyali eritmalaridan tayyorlash.

Taxminan 0,025–0,030 n Mor tuzi eritmasini tayyorlash uchun 250 ml li o'lchov kolbasiga uning 0,25–0,30 n eritmasidan 25 ml olib, belgisigacha distillangan suv quyiladi va eritma aralashtiriladi. Kaliy bixromatning standart eritmasini tayyorlash uchun 0,25 n li standart eritmasini aniq 10 marta suyultirib tayyorlanadi: 25 ml 0,25 n kaliy bixromat eritmasini pipetka yordamida olib 250 ml li kolbasiga solinadi va belgisigacha distillangan suv bilan suyultiriladi, hosil bo'lgan eritma yaxshilab aralashtiriladi.

Taxminiy tayyorlangan 0,25 n li Mor tuzi eritmasini kaliy bixromatning standart eritmasi bilan standartlash.

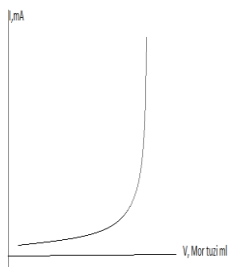
Titrlash stakaniga pipetka yordamida 25 ml kaliy bixromatning standart eritmasi, o'lchov silindri bilan 20 ml 6 n sulfat kislotasi va taxminan 150-200 ml gacha distillangan suv quyiladi. Eritmali stakan ichiga aralastirgich sterjen solinadi va stakanni magnitli aralastirgich stoli markaziga o'rnatiladi. Elektrolitik kalit va Pt elektrod eritma ichiga tushiriladi (Elektrod va elektrolitik kalit stakan tubiga taxminan 1,0 sm etmay turishi kerak). Magnitli aralastirgich ulanadi va aralastirgich tezligi boshqarib turiladi ya'ni bunda eritmaning aralashish tezligi katta bo'lsin, lekin eritmada o'rta hosil bo'lmasin). Byuretkani Mor tuzi eritmasi bilan to'ldiriladi. Asbobning sezgirligini maksimal holatga, ya'ni "4" ga qo'yiladi, galvanometrda esa "1:10" ga qo'yiladi. Elektrodlardagi kuchlanishni vol'tmetr yordamida 0,8-0,9 v ga keltiriladi. So'ngra titrlashga kirishiladi. Dastlab byuretkadan 5 tomchi titrant qo'shiladi va galvanometr strelkasi ma'lum nuqtada to'xtagach byuretkasi va galvanometr ko'rsatkichlari yozib olinadi. So'ngra yana 5 tomchi titrant qo'shiladi va natijalar yana yozib olinadi. Agar bu holda tok kuchi o'zgarsa, yana 5 tomchi titrant qo'shiladi va yana byuretkasi hamda galvanometr ko'rsatkichlari yozib boriladi. Tok kuchi doimiy bo'lguncha ushbu holat qaytarilaveradi (odatda, zanjirdagi tokning doimiylik 2-marta titrant qo'shilgandayoq, kuzatiladi). Bundan keyin titrantni tomchilatib quyiladi, lekin galvanometr strelkasi harakatga kelmaguncha byuretkasi ko'rsatkichi yozib olinmaydi. Galvanometr strelkasi barqaror harakatlanib tok ko'paya boshlagan paytdan 2-4 tomchidan titrant qo'shiladi va byuretkasi hamda galvanometr ko'rsatkichlari yozib olinadi. Titrlashni yana 6-7 ta ortib boruvchi tok qiymati olinguncha davom ettiriladi. Aralastirgich to'xtatiladi, elektrodlar eritmadan yuqoriga ko'tariladi, titrlangan eritmali stakan asbob ustidan olinadi va elektrodning eritmaga botirilgan qismi yuvgich yordamida distillangan suv bilan yuviladi (bunda elektrodlar tagiga bo'sh stakan qo'yilsa, yuvilayotganda suv o'sha stakanga oqib tushadi).

Titrlashni kaliy bixromatning standart eritmasi bilan yana 2-3 marta takrorlanadi. Titrlash natijalarini jadval shaklida yoziladi. Har bir titrlashga ..ml $K_2Cr_2O_7$ normalligi bo'lgan eritmasi olinadi.

I titrlash		II titrlash		III titrlash		IV titrlash	
V mor tuzi hajmi, ml	I, mA	V mor tuzi hajmi, ml	I, mA	V mor tuzi hajmi, ml	I, mA	V mor tuzi hajmi, ml	I, mA

Jadval natjalari uchun daftardan kamida 25–30 qator joy qoldiring! Olingan natijalarni millimetrli qog‘ozga chizing. Masshtabi quyidagicha: 0,1 ml 5 mm ga, 1 mA - 2 mm ga teng, hamma titrlash egrilarini o‘lchovi 20 * 30 sm bo‘lgan betga millimetrli qog‘ozga chizing. Titrlash egrilarining ustiga “Kaliy bixromatni Mor tuzining standart eritmasi bilan titrlash egrisi” deb yozilsin. Ekvivalent nuqtani urinmalar kesishgan joyidan absissa o‘qiga perpendikular tushirib topiladi. Standartlanayotgan Mor tuzining aniq normalligi V ekv. o‘rtacha qiymatidan quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$N_{Mor\ tuzi} = \frac{N_{K_2Cr_2O_7} \cdot V_{K_2Cr_2O_7}}{V_{ekv.Mor\ tuzi}}$$



Kontrol ish. Kuchli oksidlovchini (qaysi ekanligini ko‘rsating) aniqlash.

Aniqlash metodikasi. Oqituvchidan olingan kontrol eritma o‘lchov kolbasining chizig‘igacha distillangan suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi. Har bir titrlashga Mor pipetkasi yordamida 20 yoki 25 ml kontrol eritmadan olinadi, ustiga 20 ml 6 n H₂SO₄ qo‘shiladi. 150-200 ml gacha suv bilan suyultiriladi. Titrlash metodi huddi Mor tuzi normalligini aniqlashdagi kabi bajariladi. Yuqoridagi kabi titrlash egrilari chiziladi. Aniqlash natijalarini hisoblash quyidagi formula orqali hisoblanadi.

$$Q_{bixromat} = \frac{N_{mor\ tuzi} \cdot V_{mor\ tuzi} \cdot E_{bixromat} \cdot F}{1000}$$

Har bir titrlash uchun alohida Q₁, Q₂, Q₃ lar hisoblab topiladi.

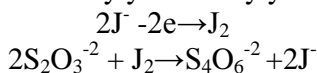
KULONOMETRIK TITRLASH USULI

Metodning mohiyati. Kulonometrik titrlash metodining mohiyati shundan iboratki, analiz qilinadigan eritmaga, elektroliz paytida elektrodga titrlovchi reagent hosil qiladigan maxsus tanlangan qo‘shimcha reagent qo‘shiladi. Hosil bo‘lgan titrant analiz qilina-yotgan modda tez stexiometrik nisbatda reaksiyaga kirishadi. Moddani elektrokimyoviy o‘zgartirish uchun sarflangan elektr miqdorini bilgan holda Faradey qonunlariga binoan aniqlanayotgan modda miqdorini hisoblab chiqarish mumkin. Elektroliz paytida yacheykada tok kuchi o‘zgarmas qiymatda bo‘ladi. Bu holda analitik signal-elektrolizga sarflangan vaqtni sekundometr yordamida o‘lchanadi. Ekvivalent nuqta bironta indikator yordamida yoki ma’lum fizik-kimyoviy metodlar bilan potensiomertik, fotometrik yoki amperometrik usulda aniqlanishi mumkin.

Laboratoriya ishi №28

NATRIY TIOSULFATNI ELEKTROLITIK HOSIL BO‘LGAN YOD BILAN KULONOMETRIK TITRLAB ANIQLASH

Tiosulfat ioni platina anodida yodid ionidan oksidlanish natijasida hosil bo‘lgan erkin yod bilan kulonometrik titrlanadi. Qo‘shimcha reagent sifatida kaliy yoki natriy yodid ishlatiladi.



Ekvivalent nuqta analiz qilinayotgan eritmaga oz miqdorda kraxmal qo‘shilishi bilan aniqlanadi.

Kerakli asbob-uskunalar, idish va reagentlar:

1) 2 dona 250 ml li stakanlar; 2) 1 dona 100 ml-li stakan; 3) 1 dona 300 ml li qo‘shimcha stakan; 4) 1 dona 250 ml li o‘lchov kolbasi; 5) 1 dona 25 ml li byuretka; 6) 1 dona magnit aralashtirgich, to‘yingan natriy sulfat eritmasi, taxminan 0,05 n natriy tiosulfat eritmasi, taxminan 1 M kaliy yodid eritmasi, 1% - li kraxmal eritmasi.

Taxminan tayyorlangan 0,05 n natriy tiosulfat eritmasini standartlash

Laboratoriyadagi taxminan 0,05 n natriy tiosulfat eritmasidan 250 ml li o'lov kolbasiga 25 ml olib distillangan suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi.

Ishni bajarish metodikasi

Moslamaning elektrolitik kaliti ikki marotaba suyultirilgan natriy sulfatining to'yingan eritmasi bilan byuretkada esa tayyorlangan tiosulfat eritmasi bilan to'ldiriladi va joylariga o'rnatiladi. Generator elektrod va elektrolitik kalit ishchi tomoni suv bilan yuviladi. Kalitning ikkinchi tomoni natriy tiosulfat eritmasi va qo'shimcha mis elektrod bor idishga botiriladi. Tokni ulagich uziladi ("выключь" holatiga qo'yiladi).

Kuchlanishni turg'unlashtiruvchi moslama UIP - 1 knopka "Anod" ni ishga qo'shish natijasida qayd qiluvchi lampa yonishi kerak.

Titrovchi stakanga (250 ml) o'lov silindri yordamida 5 ml 1 M natriy yoki kaliy yodidi, 1 ml kraxmal va taxminan 50 ml hajmgacha suv solinadi. Bu stakanga magnit aralashtirgich solinib magnit aralashtirgich moslamasiga o'rnatiladi va tegishli normal aralashtirish tezligi qo'yiladi (aralashtirilayotgan paytda elektrod chetlari magnit aralashtirgichga tegmasligi va eritmada o'rama hosil bo'lmasligi kerak). Elektrosekundomerni nolga qo'yish kerak elektrolizyorga 1 -2 sekund daqiqa tokni ulab kuchsiz, lekin aniq havo rang hosil bo'lgandan keyin tokni o'chirish kerak. Bundan keyin byuretkadan aniq 5 yoki 10 ml standartlashtirilayotgan natriy tiosulfat eritmasi qo'shiladi va bir vaqtning o'zida sekundomer va tok ulanadi.

Elektrolizyor orqali o'tayotgan tok kuchini va mikroampermetr shkalasi ko'rsatkichini yozib olish kerak. Avvalgidek rang hosil bo'lguncha elektrolizni davom ettirish kerak va reaksiya tugagandan keyin birdaniga sekundomerni va tok ulagichni ajratish kerak. Elektrolizyordagi eritmani almashtirmagan holda titrlashni 3 marotaba takrorlash mumkin.

Titrlash natijalarini jadvalga quyidagi shaklda yozish kerak

T/r	Olingan tiosulfat, ml	Tok kuchi, mA	T, sek	Topilgan tiosulfat, mg	Topilgan normallik qiymati

Natriy tiosulfatning normalligi quyidagi formula bilan hisoblanadi.

$$N_{t.s.} = \frac{I \cdot t}{96485 \cdot V}$$

Kontrol ish. Eritmadagi tiosulfat miqdorini aniqlash

Berilgan eritmani kolba tamg'asigacha suv bilan suyultirib, aralashtiriladi. Bundan keyin huddi o'quv ishidagidek ishlar bajariladi. Titrlash natijalarini ham yuqoridagi 1- jadval shaklida to'ldiriladi. Natriy tiosulfatni aniqlash natijasi quyidagi formula bilan hisoblanadi.

$$P = \frac{I \cdot t \cdot E_{t.s.} \cdot f}{96485}$$

Hisoblash natijalari

Topilgan natriy tiosulfat mg
 Javobi mg
 Xatolik %

FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR

1. Кристиан Г., М. Бином// Аналитическая химия, том 1, 2009. 623 с.
2. Кристиан Г., М. Бином// Аналитическая химия, том 2, 2009. 504 с.
3. [Donald Ckoog, M. West.](#) Fundamentals of Analytical Chemistry Brouks.Cole. Cengage, 2014.
4. Васильев В.П. Аналитик кимё. 1-қисм. Тошкент: Ўзбекистон. 1999, 337б.
5. Золотов Ю.А., Дорохова Е.Н., Фадеева В.И. и др. Основы аналитической химии: Учеб.пособ. М.: Высшая школа, В 2 кн. Кн.2. М.: Высшая школа. 2004, 496 с.
6. Васильев В.П. Аналитическая химия. М.: Высшая школа, 1989, В 2 кн.
7. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия. В 2 т. М.: Химия 1990
8. Fayzullaev O. Analitik kimyo. Toshkent, «Yangiasravlodi», 2006, 488 b.
9. Васильев В.П. Аналитическая химия. М.: «Дрофа», 2004 В 2-х кн.
10. Коренман Я.И. Практикум по аналитической химии. М.: 2005, «Колос» Кн.1.
11. Под ред. Золотова Ю.А. Основы аналитической химии, Книга 1. Общие вопросы. Методы разделения. М.: Высш. шк. 2000. 351 с.
12. Янсон Э.Ю. Теоретические основы аналитической химии: Учебное пособие. М.: Высшая школа. 1987, 261 с.
13. Алексеев В.Н. Курс качественного химического микроанализа. М.: Химия, 1973, 584 с.
14. Fayzullaev O. Turabov N., Ro'zиеv E., Quvatov A., Muhamadiev N. Analitik kimyo. Laboratoriya mashg'ulotlari. Toshkent, «Yangi asr avlodi», 2006, 448 b.
15. Ф.Гельц. Основы тонкослойной хроматографии, том 1, 2006, 400 с.
16. Толипов Ш.Т., Хусайнов Х. Аналитик кимёдан масалалар тўплами. Тошкент. Ўқитувчи, 1983.

17. Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В. Задачи и вопросы по аналитической химии. М.: Изд-во Моск. ун-та. 1984. 215 с.
18. Алексеев В.Н. Количественный анализ: Учебн. М.: Химия, 1972, 504 с.
19. Кельнер Р, Мерме Ж.М., Отто М, Видмер Г.М. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Том 1. М.: Мир, АСТ, 2004. 607 с.
20. Кельнер Р, Мерме Ж.М., Отто М, Видмер Г.М. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. Том 1. М.: Мир, АСТ, 2004. 605 с.
21. Отто М. Современные методы аналитической химии. 3-е изд. Москва, Техносфера. 2008, 544 с.
22. Гильманшина С.И., Основы аналитической химии. Питер. 2006, 223 стр. <http://WWW.Subscribe.ru>.
23. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика. Общие теоретические основы. Качественный анализ. Кн.1, М.: Высшая школа. 2001. 615 стр. <http://WWW.Chempport.ru>.
24. O.Fayzullaev. Analitik kimyo asoslari. A.Qodiriy nomidagi xalq merosi nashriyoti. T.2003.

	Mundarija	bet
1	KIRISH. Analitik kimyo fani haqida tushuncha.....	3
2	I Bob. Sifat analizi. Kimyoviy sifat tahlilining asosiy tushunchalari.....	8
3	Sifat tahlili usullarining tasnifi.....	9
4	Analitik reaksiyalarning bajarilish usullari.....	11
5	Analitik reaksiyalarni amalga oshirishning shart-sharoitlari.....	12
6	Analitik reaksiyalarning sezgirligi va o'ziga xosligi ..	13
7	Eritmani bo'lib-bo'lib va sistematik analiz qilish	14
8	Sifat analizida ishlatiladigan asbob-uskunalar va idishlar.....	15
9	Yarimmikroanalizda bajariladigan eng muhim jarayonlar va ularni bajarish tartibi.....	16
10	Analitik kimyo laboratoriyasida ichki tartib va texnika xavfsizligi qoidalari.....	18
11	I bo'lim. Kationlarning kislota-asos tasnifi	26
12	Laboratoriya ishi №1. I Guruh kationlarining analitik reaksiyalari (NH_4^+ , K^+ , Na^+)	27
13	Laboratoriya ishi №2. II Guruh kationlarining analitik reaksiyalari (Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+})	35
14	Laboratoriya ishi №3. III Guruh kationlarining analitik reaksiyalari (Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+})	41
15	Nazorat eritma 1. I, II va III guruh kationlarini aralashmasi analizi	46
16	Laboratoriya ishi №4. IV Guruh kationlari analitik reaksiyalari (Al^{3+} , Cr^{3+} , Cr^{6+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+})	51
17	Laboratoriya ishi №5. V Guruh kationlarining analitik reaksiyalari (Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} , Mg^{2+} , Sb^{3+} , Sb^{5+})	62
18	Laboratoriya ishi №6. VI Guruh kationlarining analitik reaksiyalari (Cu^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+})	72
19	Nazorat ishi №2. IV, V va VI Guruh kationlari aralashmasi analizi	79

20	II BO‘LIM. I-III Guruh anionlarining tahlili. Anionlarning tasnifi va analitik reaksiyalari	85
21	Laboratoriya ishi №7. I Guruh anionlarining analitik reaksiyalari (SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, HPO_4^{2-} , SiO_3^{2-})	87
22	Laboratoriya ishi №8. II Guruh anionlarining analitik reaksiyalari (Cl^- , J^- , Br^- , S^{2-})	97
23	Laboratoriya ishi №9. III Guruh anionlarining analitik reaksiyalari (NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^-)	102
24	Laboratoriya ishi №10. Anionlarning sifat analizi ...	106
25	Nazorat ishi №3. “Quruq tuzlar” aralashmasi analizi..	113
26	Kislota-asosli usul bo‘yicha test savollari.....	120
27	II BOB. MIQDORIY ANALIZ	125
28	2.1. Bo‘lim. Gravimetrik analiz metodi	125
29	2.1.1. Birgalashib cho‘kish	128
30	2.1.2. Gomogen cho‘ktirish	129
31	Laboratoriya ishi №11. Sulfat kislota yoki uni eruvchi tuzi tarkibidagi SO_4^{2-} ionini miqdorini aniqlash	144
32	2.2.Bo‘lim. Titrimetrik analiz haqida asosiy tushunchalar	148
33	2.2.2. Standart eritmalar.....	149
34	2.2.3.Titrimetrik analizda natijalarni hisoblash	151
35	Laboratoriya ishi №12. 250 ml O‘lchov kolbasining sig‘imini tekshirish	156
36	Laboratoriya ishi №13.Oksalat kislotaning 0,1 n birlamchi standart eritmasini tayyorlash va u bilan 0,1 n NaOH eritmasini standartlash.....	159
37	Nazorat ishi №4. Eritmadagi kislota miqdorini aniqlash	161
38	Laboratoriya ishi №14. Xlorid (sulfat) kislotaning taxminiy 0,1 n eritmasini tayyorlash. Buraning 0,1000 N birlamchi standart eritmasini tayyorlash. Xlorid (sulfat) kislota eritmasini buraning birlamchi standart eritmasi bo‘yicha standartlash	163
39	Nazorat ishi №5. Texnik natriy gidroksiddagi natriy	166

	gidroksid va soda miqdorini aniqlash	
40	Nazorat ishi №6. Ammoniy tuzi tarkibidagi ammiak miqdorini aniqlash	168
41	2.2.4. Oksidlanish-qaytarilish metodlari. Permanganometriya	169
42	Laboratoriya ishi №15. Kaliy permanganatning 0,05 n eritmasini tayyorlash va uni normalligini oksalat kislota eritmasi bilan standartlash.....	170
43	Nazorat ishi №7. Eritma tarkibidagi temir(III) miqdorini aniqlash	172
44	2.2.5. Yodometriya	173
45	Laboratoriya ishi №16. Natriy tiosulfat eritmasini kaliy bixromatning birlamchi standart eritmasi bo'yicha standartlash	175
46	Nazorat ishi №8: Ruda yoki tuzlar aralashmasidagi mis miqdorini aniqlash	176
47	2.2.6. Kompleksonometrik titrlash metodi	176
48	Laboratoriya ishi №17. EDTA ning taxminiy 0,05 n eritmasini tayyorlash va ruxning standart eritmasi bilan standartlash	178
49	Nazorat ishi №9. Eritmadagi metall ionlari miqdorini kompleksometrik aniqlash	179
50	Nazorat ishi №10. Aluminiy miqdorini kompleksometrik metodi bilan bilvosita titrlab aniqlash	181
51	2.2.7. Titrimetrik analizning titrlab cho'ktirish metodi	182
52	Laboratoriya ishi №18. Kaliy xloridning 0,05 n birlamchi standart eritmasini tayyorlash. Simob(I)ni trat eritmasini kaliy xloridning birlamchi standart eritmasi yordamida standartlash.....	183
53	Nazorat ishi №11. Eritmadagi xlor ionlari miqdorini aniqlash	185
54	III. Bob. Fizik-kimyoviy analiz usullari	187
55	Konsentratsiyani aniqlash usullari	189

56	Fotometrik analiz usullari. Laboratoriya ishi №19. Eritmadagi Fe(III) ionini sulfosalisil kislota bilan fotometrik usulda aniqlash	190
57	Laboratoriya ishi №20. Nikelni dimetilglioksim bilan fotometrik aniqlash	192
58	Spektrofotometriya	195
59	Laboratoriya ishi №21. Rezortsinni spektrofotometrik aniqlash	197
60	Atom - emission alangali fotometriya usuli	202
61	Laboratoriya ishi №22. Natriyni miqdorini alangali fotometriya yordamida aniqlash	209
62	Lyuminessent analiz usuli	212
63	Laboratoriya ishi №22. Kuchli kislota miqdorini aniqlash	213
64	Laboratoriya ishi №23. Rangli (texnologik) eritmadagi sulfat kislota massasini aniqlash	216
65	Elektrokimyoviy analiz usullari	217
66	Potensiometrik analiz usuli	218
67	Laboratoriya ishi №24. Eritmadagi sulfat kislota miqdorini potensiometrik aniqlash	220
68	Laboratoriya ishi № 25. Fosfor kislota miqdorini potensiometrik aniqlash	222
69	Polyarografik analiz usuli	224
70	Laboratoriya ishi №26. Aralashmadagi metallarni sifat va miqdoriy tarkibini aniqlash	228
71	Amperometrik analiz. Laboratoriya ishi №27. Kaliy dixromat miqdorini aniqlash	234
72	Kulonometrik titrlash usuli	239
73	Laboratoriya ishi №28. Natriy tiosulfatni elektrolitik hosil bo'lgan yod bilan kulonometrik titrlab aniqlash	239
74	Foydalanilgan adabiyotlar	242

N.T. TURABOV, N.H. QUTLIMUROTOVA,
Z.A.SMANOVA

ANALITIK KIMYO

(O‘quv qo‘llanma)

Toshkent – “Noshir” – 2019-yil.

Muharrir: Sh.Raupova
Musahiha: Sh.Raupova
Musavvir: D.Azizov
Sahifalovchi: I.Madaminov

Nashriyot litsenziyasi: AI № 254, 31.12.2014-y.
Bosishga ruhsat etildi 12.12.2019. “Times New Roman” garniturasini.
Ofset usulida chop etildi. Qog‘oz bichimi 60x84 1/16.
Shartli bosma tabog‘i 14,5 Nashriyot bosma tabog‘i 15,5
Adadi 200 nusxa. Buyurtma № 34