

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

**A. A.YUSUPXODJAYEV, M.S.SAIDOVA.**

**TAHLILNING FIZIKA-KIMYOVIY USULLARI**

O'zbekiston Respublikasi oliy va o'rta maxsus ta'lif vazirligi  
tomonidan oliy o'quv yurtlari "5310300 - Metallurgiya" ta'lif  
yo'nalishi talabalari uchun o'quv qo'llanma sifatida tavsiya etilgan

**Toshkent - 2019**

Yusupxodjayev A.A., Saidova M.S. Tahlilning fizika - kimyoviy usullari.  
O‘quv qo‘llanma. – T.: \_\_\_\_\_ 2019. – 230 b.

O‘quv qo‘llanmada “Tahlilning fizika-kimyoviy usullari” fanida moddalarni tarkibini va miqdorini aniqlash, aniqlashda maxsus tahlil usullarini qo‘llash, tahlil usullarini klassifikatsiyasi, ishlash printsipi, tahlilning fizika-kimyoviy usullarininguskunalari ularning ishlash printsipi va qo‘llanilish sohalari to‘g‘risida batafsil tushunchalar keltirilgan. Bu esa tahlilning aniqligini, tezligini oshirishni, hamda texnologik jarayonlarni avtomatlashtirishni talab etadi. Shuning uchun ham tahlilning fizika-kimyoviy (instrumental) va avtomatlashtirilgan fizik usullariga katta e’tibor berilgan.

Shu soha talabalari, magistrleri, kasb-hunar kollejlari talabalari va ilmiy – tekshirish hamda sanoat korxonalarida faoliyat yuritayotgan muxandis – texnik xodimlarga foydali bo‘lishi mumkin.

Taqrizchilar:

B.N.Xamidullayev – “MRI” geoinnavasion texnologiyalar va mineral xom ashyolarini kompleks qayta ishlash markazining boshlig’i:

X.R.Valiyev – “Metallurgiya” kafedrasi mudiri, texnika fanlari nomzodi, dosent.

## **Annotasiya**

Kimyoviy modda toza bo`lsa, o`ziga xos xususiyatlarni namoyon qiladi. Uning tarkibiga juda oz miqdorda bo`lsa ham (10-5%) begona moddalarning yoki elementning aralashgan holda “ifloslangan” bo`lishi modda xususiyatini keskin o`zgartirib yuborishi mumkin. Shuning uchun hozirgi vaqtida bu vazifani faqatgina fizik-kimyoviy tahlillar yordamida bajarish mumkin.

Fizik-kimyoviy usullarning afzalligi: tahlilni uzoq masofadan turib boshqarish. Masalan, rentgen-fluorescent metod bilan oydagи tuproqni tahlil qilish bunga yaqqol misol bo`la oladi. Bu usullarda ishlataladigan asboblar jarayonni sistemalashtirishga imkon beradi.

## **Аннотация**

Если вещество находится в чистом состоянии, то оно проявляет свои свойства. Даже если в составе данного вещества имеются примеси хоть в очень малом количестве (10-5 %), а также если эти вещества загрязняны различными примесями, то они в свою очередь могут быть причиной полного изменения свойства веществ.

Преимуществом физико-химического метода анализа является возможность контролирования процессом на расстоянии. Явным примером является использование метода рентгено флюористцента для выполнения анализа почвы взятой из Луны. Использование оборудования для данного случая позволяет систематизировать сам процесс.

## **Annotation**

If chemical things will be pure, it shows its internals. Mixing with other elements (about 10-5%), dusting with them, it will strong change its internals. That is way, nowadays such kind of assignments checking only with physic-chemical analyses.

Importance of physic-chemical analyses methods are possibility control process from far distance. For example, by using X-ray fluorescent analysis (RFA) we can analyze soil from the Moon. By using these methods gives systematization of processes.

## MUNDARIJA

SO‘Z BOSHI.....

KIRISH.....

### I-BOB. TAHLILNING KIMYOVİY USULLARI.

- 1.1.Fanning maqsadi, xususiyatlari, qo‘llanilish sohalari.....
- 1.2. Analitik tahlilning umumiy sxemasi.....
- 1.3. Tahlilning nazariy asoslari. Tahlilda qo‘llaniladigan reaksiyalar.....
- 1.4. Sifat tahlilning maqsadi vazifalari va usullari.....
- 1.5.Kasrli va tartibli tahlil. Ionlarni niqoblash va niqob-sizlantirish.....
- 1.6. Miqdoriy tahlil. miqdoriy tahlil usullari va klassifikatsiyasi.....
- 1.7.Gravimetrik va elektrogravimetrik tahlil. tahlillar mohiyati.....
- 1.8. Hajmiy (titrimetrik) tahlil. hajmiy tahlilning mohiyati.....
- 1.9.Hajmiy tahlilda qo‘llaniladigan reaksiyalarga qo‘yiladigan talablar va tahlilning klassifikatsiyasi.....
- 1.10. Yodometriya va permanganatometriya usullari.....
- 1.11. Kislotali asosli titplash.....
- 1.12. Cho’ktirish-kimyoviy analiz usuli.....
- 1.13. Tahlilga yo‘l qo‘yiladigan xatoliklar sistematik va tasodifiy xatoliklar.....

### 2-BOB. TAHLILNING FIZIKA VA FIZIKA-KIMYOVİY USULLARI

- 2.1. Optik tahlil usullari.....
- 2.2. Fotometrik tahlil usuli va tahlildagi xatoliklar.....
- 2.3. Fotometrik o’lchash texnikasi va asboblari.....
- 2.4.Spektral usollarining fizik mazmuni va spectral tahlilda qo‘lla-niladigan asbob-uskunalar.....
- 2.5. Atom-absorbsion spektroskopiya.....
- 2.6. Atom-flyorosensiya.....
- 2.7. Polyarografik usul.....

2.8. Polarimetrik usul nazariyasi.....
2.9. Potensiometriya usuli.....
2.10. Xromatografik tahlil. Xromatografiya usulining umumiyl xususiyatlari.....
2.11. Konduktometrik usulning nazariyasi.....
2.12. Kulonometrik taxlil usuli.....
2.13. Radiokimyoviy tahlil usul.....

## **СОДЕРЖАНИЕ**

РЕДИСЛОВИЕ.....
ВВЕДЕНИЕ .....

### **ГЛАВА-1. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДА АНАЛИЗА.**

1.1. Цель изучения предмета и области применения.....
1.2. Общая схема аналитического анализа .....
1.3. Теоритические основы анализа. Реакции применяемые в анализах.....
1.4. Цель изучения и задание качественного анализа.....
1.5. Систематический и дробный анализ, маскировка и демаскировка ионов.....
1.6. Весовой анализ и классификация методов весового анализа.....
1.7. Гравиметрический и электрографиметрический методов анализа.....
1.8. Титрометрический (объемный) анализ.....
1.9. Условия предъявляемое для использование реакции и классификация в объемном анализе.....
1.10. Йодометрический и Пермангонометрический методы....
1.11. Кислотно-основное титрование.....
1.12. Осаждение-химический метода анализа.....
1.13. Погрешность анализа, систематические и случайные погрешности.....

## **ГЛАВА 2. ФИЗИЧЕСКИЕ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА.**

2.1. Оптические методы анализа.....
2.2. Фотометрический анализ и погрешность анализа.....
2.3. Фотометрические измерительные техники.
2.4.Физический смысл спектрального метода анализа использование оборудования для этого метода.....
2.5. Атомно-абсорбционный спектроскопия.....
2.6. Атомно-флуоресценция
2.7. Полярографический метод.....
2.8. Теория поляриметрического метода.....
2.9. Потенциометрический метод.....
2.10. Хроматографические методы анализа. Цель изучения хро- матографического анализа.....
2.11. Теория кондуктометрического метода.....
2.12. Кулонометрический анализ.....
2.13.Радиохимический метод . .....

## **CONTENTS**

THE FOREWORD.....
-------------------

INTRODUCTION.....
-------------------

## **CHAPTER 1. CHEMICAL METHOD OF ANALYSIS.**

1.1. Aim of subject, internal, using directions.....
1.2. Main schema of analytic analysis.....
1.3. Theoretical main of analysis. Reaction by using analysis.....
1.4. Methods, assessments and aim of quality analysis.....
1.5. Disguising and non disguising ions order and denote analysis.....

1.6. Weight analysis classification and methods of weight analysis....
1.7. Gravimetric and electro gravimetric analysis.....
1.8. Nature analysis.....
1.9. Classification of analysis and demands to reactions used volume analysis.....
1.10. Iodometric and permanganometric analysis.....
1.11. Oxide base titration.....
1.12. Cementation-chemical method analysis.....
1.13. Inaccuracy of analysis, systematic and imponderabilia inaccuracy

## **CHAPTER 2. PHYSICAL AND PHYSIC-CHEMICAL METHODS OF ANALYSIS.**

2.1. Methods of optic analysis.....
2.2. Equipments and techniques photometric measuring.....
2.3. Photometric measuring technics
2.4. Physical aim spectral method analysis and using equipments for it
2.5. Atomic and absorbing spectrometry (AAS).....
2.6. Atomic-fluorescence
2.7. Polyarografic method.....
2.8. Theory polarographic method.....
2.9. Potensio metric analysis.....
2.10. Chromatographic analysis. main of chromatographic method.
2.11. Theory of conductmetric method.....
2.12. Coulonometer analysis.....
2.13. Radiochemaycal analysis.....

## **SO‘Z BOSHI**

“Tahlilning fizika-kimyoviy usullari” kursi ixtisosga o’qiydigan talabalar uchun mo’ljallangan va bundan tashqari ushbu qo’llanmadan o’rta maxsus yurtlarining talabalari va hamda kimyoviy tahlil bilan shug’ullanadigan barcha xodimlar foydalanishlari mumkin. Ushbu o’quv qo’llanma ikki bobdan iborat bo’lib, birinchi bob analitik tahlilning umumiyligi sxemasi, sifat va miqdoriy tahlildan iborat bo’lib unda gravimetrik va titrometrik tahlil usullari keltirilgan. Ikkinci bob esa tahlilning fizika va fizika – kimyoviy usullari bobida optic tahlil usullaridan atom – absorbsion spektroskopiya, polyografik, polarimetrik, potensiometriya, xromatografik, fotometrik, konduktometrik, kulonometrik va radiokimyoviy tahlil usullari keltirilgan.

Xar qaysi bobning oxirida materialni yanada chuqurroq o’zlashtirishga mo’ljallangan, o’z – o’zini tekshirish uchun savollar berilgan.

Qo’llanmada keltirilgan mavzularni o’zlashtirish nisbatan yengilroq bo’lishi uchun tasviriy vositalar (sxemalar, rasmlar) dan foydalanildi.

Mualliflar qo’llanmani yaratilishida o’zlarining qimmatli maslahatlari va yordamlarini ayamagan ustoz va murabbiylar, metallurgiya mutaxassislariga o’z minnatdorchiliklarini bildiradilar.

Mualliflar

## KIRISH

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

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

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

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

Tahlilning aniqligi natijaning qanday maqsadda ishlatalishiga ham bog'liq. Ohirgi tayyor mahsulotlarga yuqori aniqlik, metallurgiya jarayonlardagi oraliq maxsulotlar uchun unchalik yuqori bo'lмаган aniqlik va tezlik talab etiladi. Hozirgi kunda tahlilning mexanizatsiyalashtirilgan va avtomatlashtirilgan usullari mavjud.

## **1-BOB. TAHLILNING KIMYOVİY USULLARI**

### **1.1. FANNING MAQSADI, XUSUSIYATLARI, QO'LLANILISH SOHALARI**

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

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

aniqlash, ularning kimyoviy va fizikaviy xususiyatlarini o'rganish kiradi.

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

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

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

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

Hozirgi kunda tahlilning mexanizatsiyalashtirilgan va avtomatlashtirilgan usullari mavjud.

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

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

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

usullari haqidagi fandir.

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

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

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

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

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

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

A.L.Lavuaz'e havo, suv va boshqa moddalar tarkibini aniqlash va

yonishningkislorod nazariyasini kashf qildi

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

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

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

1. Tahlilning fizika-kimyoviy usullarining nazariy asoslarini rivojlantirish, ilmiy asoslash, mavjud usullarni takomillashtirish, yangi tahlil usullarini yaratish va avtomatlashtirish;
2. Mikroaralashmalarni konsentratsiyasini aniqlash va moddalarni ajratish usullarini ishlab chiqish;
3. Tabiiy birikmalarni, texnik materiallarni tahlil qilish usullarini takomillashtirish va yangilarini yaratish;
4. Amaliyotda, ishlab chiqarishda, texnikada va ilmiy izlanishlarda analitik nazoratni qo'llash;
5. Amaliyotda, ishlab chiqarishda, texnikada va ilmiy izlanishlarda analitik nazoratni, tahlilni avtomatlash-tirish, boshqarishni kompyuterlashtirish.

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

### **Nazorat savollari:**

1. Tahlilning fizika–kimyoviyusullari fanining vazifasi nimadan iborat?
2. Tahlilning fizika–kimyoviyusullari fani qaysi fanning bosqichi hisoblanadi?
3. Tahlilning aniqligi nimaning miqdoriga bog'liq?
4. Fanning maqsadi nimadan iborat?

## **1.2. ANALITIK TAHLILNING UMUMIY SXEMASI**

Istalgan tahlilni bajarishda quyidagi asosiy bosqichlarni ko'rsatish mumkin:

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

Bu holatlar har doim ham bir usulda qo'llanavermaydi. Ayrim vaqtarda namunalarni eritish yoki komponentlarni oldindan ajratish zarur bo'lavermaydi. Bunday bosqichlar masalan, metallar va qotishmalarni emission spektroskopik yoki bazi bir radiometrikusullarida tahlil qilish vaqtida zarur bo'lmaydi .

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

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

### **Namunani o'rtacha holga keltirish va tortib olish**

Ko'pincha ishlab chiqarish muassasalarida kimyoviy tahlilga keltirilgan xom ashyoni masalan, qandaydir ma'danlar, qo'shimcha materiallar, yonilg'i va hokazolarni o'rtacha tarkibli holga keltirish, talab qilinadi. Tahlil uchun laboratoriya ga keltirilgan namuna haqiqatan ham tahlil qilinuvchi materialning o'rtacha tarkibini qayd qiladigan ishonchli bo'lishi kerak. Tahlil keng ma'noda faqat tahlilga olingan modda tarkibini, ya'ni namunaning boshlang'ich tub mohiyatini tarkibini tashkil qilgan grammalar miqdori yoki gramm ulushini

ko'rsatadi. Gazsimon yoki suyuq moddalardan ana shunday namuna olish nisbatan qiyin emas, chunki ular odatda gomogen holda bo'ladi. Ayniqsa tahlil qilinuvchi material qattiq holda, yirik bo'laklar yoki har xil kattalikda bo'lsa, u holda bunday operasiyani bajarish ancha murakkab bo'ladi. Bunday katta hajmdagi tahlil qilinuvchi namunadan ishonchlinamuna olish uchun yo'l qo'yilgan xatolikni eng oz miqdoriga keltirishga mo'ljallangan usullar ishlab chiqarilgan. Bu usullar qonun bo'yicha maxsus analitik GOSTga yoki namuna olish uchun alohida ko'rsatmani o'z ichiga oladi.

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

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

Texnik tahlil o'zida ikkita majburiy operatsiyani mujassamlagan:

- 1) tahlil qilish uchun namunalar olish;

## 2) olingan namunalarni tahlil qilish.

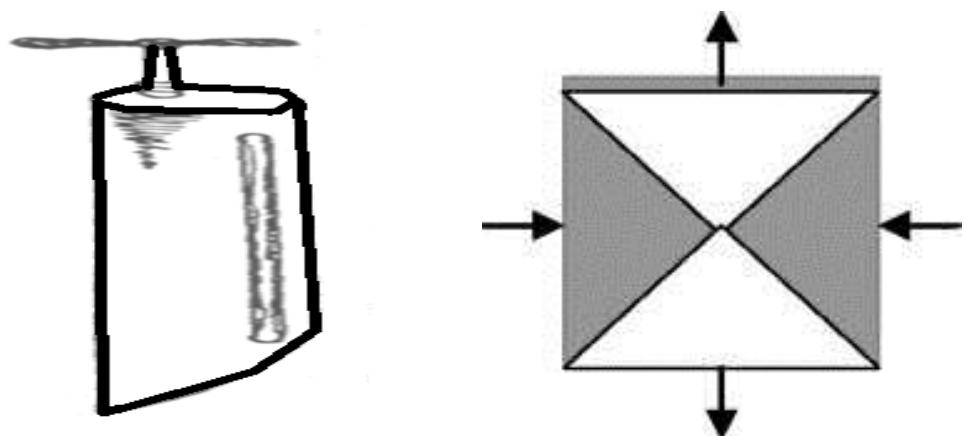
Namuna olish asosiy va javobgarlikka katta ish hisoblanadi. Tahlil uchun bir gramm atrofida namuna olinadi va ushbu olingan namuna 100 tonnagacha bo‘lgan material bilan tarkibi bir xil bo‘lishi kerak.

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

Tahlilga olingan namunalar birlamchi, laboratoriya va analitik namunalarga bo‘linadi.

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

Namunalarni quyidagi maxsus uskunalardan olinadi: belkuraklar, hokondozlar, turli xil mexanik namuna olgichlar va boshqalar. Qoplar, bochkalar, yashiklarda joylashgan kukunsimon materiallardan namuna maxsus qalamchalarda (shuplarda) (1.1-rasm) olinadi.



**1.1-rasm.** Sochiluvchan materiallardan namuna olish uchun qalamcha.

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

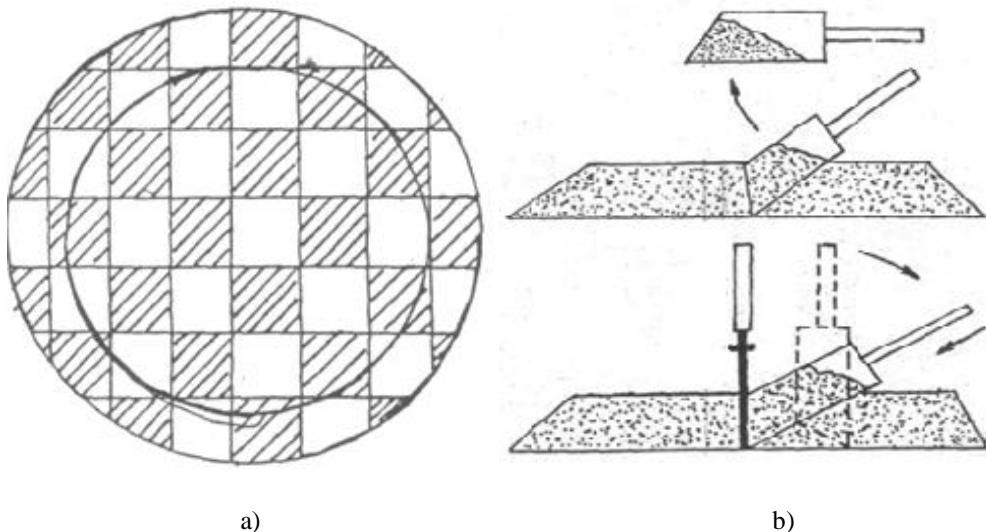
Birlamchi namunani laboratoriya namunasiga ajratishda quyidagi qoidalarga amal qilinadi:

1. Birlamchi namuna zich yopiladigan, tashishga qulay idishga olinadi va issitilmaydigan joyda yahshi yopiladigan yashiklar ichida saqlanadi. Birlamchi namunani saqlash muddati bir sutkadan oshmasligi kerak;
2. Namuna namligi o’zgaruvcha bo‘lishi mumkin, shuning uchun namunani ajratish tez bajarilishi kerak;
3. Maydalash moslamalarini materiallari mustahkam bo‘lishi kerak, chunki tahlil qilinadigan namunaga moslama detallarini yoyilishidan, qirilishidan hosil bo‘lgan zarrachalar aralashmasligi kerak;
4. Namunadan olingan porsiyalarni har birini o‘lchami va tarkibi bo‘yicha bir xil bo‘lishi kerak;
5. Bo‘lak-bo‘lak jismlarni hammasini maydalash kerak, bunda qiyin maydalanuvchan bo‘laklarni tashlab yuborish ruxsat etilmaydi.

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

Ushbu jarayon quyidagicha bajariladi:

Namuna tekis joyga yoyilib, 15-20 teng kvadratlarga bo‘linadi. Bunda kvadratlarning tomonlari 50 mm dan bo‘lishi kerak (1.2-a rasm); shaxmat tartibi bo‘yicha diagonallardan, bor chuqurlikda hakondozda namuna olinadi; hakondoz dastavval yoyilgan namunaga vertical holatda qo‘yiladi, so‘ngra ushlaydigan qismi pastga bosilib, kvadrat ichidagi namunani iloji boricha hammasi olinadi (1.2-b rasm).



### **1.2-rasm.** Labarotoriyaga jo‘natish uchun namuna olish shemasi:

- a- kvadratga bo‘lingan uyum;
- b- hakandoz bilan namuna olish.

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

O‘rtacha namuna olishga alohida ahamiyat berish kerak. Agar ular tasodifiy tarkibli namunadan iborat bo‘lsa, u holda tahlil natijasi o‘z ahamiyatini yo‘qotadi.

V.F.Gillebrand, G.E.Landellarni «Anorganik tahlil bo'yicha amaliy qo'llanma» fundamental kitobi va boshqalarning tasdiqlashicha tahlilga olinadigan modda nusxasi ba'zan tahlilni bajarishga nisbatan eng muhim operasiya hisoblanadi. Masalan: boshlang'ich xomashyo komponenti haqida noto'g'ri, to'liq bo'limgan axborot va namuna noto'g'ri olish hisobiga texnologik jarayonlar birmuncha qiyin, ayrim hollarda umuman teskari tomonga borishi mumkin.

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

### **Namunani parchalash, eritish**

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

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

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

Eritishda kislotalarni qaytaruvchilik xossasidan kamdan-kam foydalilaniladi. Bunga misol qilib pirolyo'zit MnO<sub>2</sub> va boshqa oksidlangan ma'danlarni xlorid kislotada eritishni keltirish mumkin. Bunday vaqtarda pirolyo'zit tortimi erkin xlorid ajralib bo'lgunga qadar xlorid kislota bilan ishlanadi.

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

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

## **Taqsimlash (aniqlanuvchi komponentni ajratish)**

Bu usul aniqlanadigan va xalaqit beradigan modda xossasiga, hamda tahlil usullarini tanlashga ham bog‘liq. Moddalarni aniqlanuvchi komponentlarini ajratishda va kohsentratsiyasini oshirishda, amaliy ishlarda kimyoviy, fizikaviy va fizika-kimyoviy usullardan foydalaniladi. Keyinchalik bu usullarda aniqlanuvchi komponentlarni ajratishni va kohsentratsiyasini oshirishni to‘liqroq ko‘rib chiqamiz

### **Miqdoriy o‘lchash**

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

$$P = f(c)$$

bunda, P - analitik signal jadalligi;

c - kohsentratsiya.

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

Tahlil natijalarini hisoblash.

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

### **Nazorat savollari:**

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

## **1.3. TAHLILNING NAZARIY ASOSLARI. TAHLILDA QO‘LLANILADIGAN REAKSIYALAR**

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

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

Analitik reaksiyalar quyidagi masalalarni yyechishda qo‘llaniladi:

- 1) aniqlanayotgan element va uning birikmalarini tarkibini topishda;
- 2) turli xil moddalarni tarkibini va miqdorini aniqlashda;
- 3) kam eruvchan birikmalarini cho‘ktirishda;
- 4) suvda erimaydigan birikmalarini eriydigan birikma shaklga o‘tkazishda;
- 5) turli xil elementlarni past oksidlanish darajasidan yuqori oksidlanish darajasiga o‘tkazishda;
- 6) turli xil elementlarni yuqori oksidlanish darajasini past oksidlanish darajasiga qaytarishda;
- 7) elementlarni yoki ularning birikmalarini parchalashda, aralashmalarni ajratishda;
- 8) tahlil qilinayotganda aniqlashga xalaqit beradigan elementlarni maskirovkalash (niqoblashda);
- 9) maskirovkalangan (niqoblangan) elementlarni demaskirovkalash (nikobsizlantirish) da;

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

### **Analitik reaksiya turlari**

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

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

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

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

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

- a)  $\text{Al}(\text{OH})_3 + 3\text{H}^+ \leftrightarrow \text{Al}^{3+} + 3\text{H}_2\text{O}$
- b)  $\text{Al}(\text{OH})_3 + 3\text{OH}^- \leftrightarrow [\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}$  yoki
- c)  $\text{H}_2\text{AlO}_3 + 3\text{OH}^- \leftrightarrow \text{AlO}_3^{3-} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

5. Turli xil rangli cho'kmalarni hosil qilishi bilan sodir bo'ladigan cho'ktirish reaksiyalar. Masalan:  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  – oq Fe  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$  – ko'k, qora,  $\text{SdS}$  – sariq,  $\text{HgJ}$  – qizil,  $\text{CdS}$  – fazoviy pushti (telesnorozoviy),  $\text{PbJ}_2$  – tilla rang  $\text{Ag}_3\text{AsO}_3$  – sariq rang va xakozo.

6. Gazlar, kuchsiz elektrolitlar va kompleks ionlar hosil bo'lishi bilan sodir

bo‘ladigan cho‘kmalarni kislotalarda, asoslarda, ammiak va hokazolarda erish reaksiyalari.

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

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

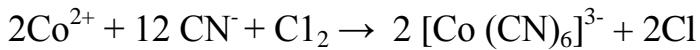
9. Anionlarda yoki kationlarda sodir bo‘ladigan ion almashinish reaksiyalar.

10. Tahlilni kinetik usullarida qo‘llaniladigan katalitik reaksiyalar.

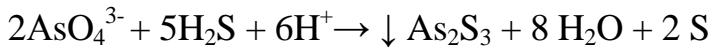
11. Tahlil qilinayotgan eritmaga solingan elektrodlarda sodir bo‘ladigan oksidlovchi qaytariluvchilarda hosil bo‘ladigan elektr kimyoviy reaksiyalar.

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

a) oksidlanish - qaytarilish – kompleks hosil qilish



b) oksidlanish - qaytarilish - cho‘ktirish



c) eritish - oksidlanish - qaytarilish



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



### **Muhitni eritmalaragi ionlarni holatiga ta’siri**

Muhit eritmadi moddalarni holatiga ta’sir o‘tkazishi muhitni xususiyatiga bog‘liq bo‘ladigan holda eritmalarда bir elementni turli xil ionlari hosil bo‘lishi mumkin.

Yuqori oksidlanish darajali bir qator elementlar suvli eritmalarда oddiy ionlar shaklida mavjud bo‘lmaydi ( $\text{N}^{5+}$ ,  $\text{S}^{6+}$ ,  $\text{Mn}^{7+}$ ,  $\text{W}^{6+}$  va hokazo), balki murakkab ionlarni  $\text{NO}^{-3}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{MnO}_4^-$ ,  $\text{WO}_4^{2-}$  - hosil qiladi.

**1 – jadval.** Muhitni ionlarni holatiga ta'siri

Nordon muhit	Kuchsiz nordon muhit	Neytral muhit	Kuchsiz ishqoriy muhit	Ishqoriy muhit
$\text{HSO}_4^-$ , $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; $\text{H}_2\text{CO}_3$ ( $\text{H}_2\text{O}^+$ $\text{CO}_2$ ),	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{HSO}^{4-}$ $\text{HCO}_3^-$ $\text{H}_2\text{CO}_3$	$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{SO}_4^{2-}$
$\text{H}_2\text{PO}_4^-$ , $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,	$\text{H}_2\text{PO}_4$	$\text{HPO}_4^{2-}$ $\text{H}^2\text{PO}_4^-$	$\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{HPO}_4^{2-}$	$\text{PO}_4^{3-}$
$[\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_4]^2+$ yoki $\text{Zn}^{2+}$	$[\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_4]^2+$ $[\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_3 \cdot \text{Zn}^{2+},$ $\text{ZnOH}^+$	$\text{ZnOH}^+$ $\text{Zn}(\text{OH}) \cdot (\text{OH})_2$ $\text{yoki Zn(OH)}_2$	$\text{Zn}(\text{OH})_2$ $[\text{Zn}(\text{H}_2\text{O}) \cdot (\text{OH})_3]^-$ $\text{yoki HZnO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ yoki $\text{ZnO}_2^{2-} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
$[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^3+$ yoki $\text{Al}^{3+}$	$[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^3+$ $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_5 \cdot \text{OH}]^+,$ $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_4 \cdot (\text{OH})_2]^+,$ $\text{yoki Al}^{3+},$ $\text{Al}(\text{OH})_2^+$	$\text{Al}(\text{OH})_2^+$ $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})^3 \cdot (\text{OH})^3$ $\text{yoki Al(OH)}^3$	$\text{Al}(\text{OH})_3,$ $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_3 \cdot (\text{OH})_3,$ $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_2 \cdot (\text{OH})_4]$ $-$ $\text{yoki AlO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_2 \cdot (\text{OH})_4]^-$ $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O}) \cdot (\text{OH})_5]^{2-}$ $[\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}$ , yoki $\text{AlO}_2^- \cdot 2\text{H}_2\text{O},$ $\text{HAIO}_3^{2-} \cdot 2\text{H}_2\text{O},$ $\text{AlO}_3^{3-} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Solvatlar. Tahlilda va analitik kimyoda ishlataladigan ko‘pgina reaksiyalar eritmalarda o‘tadi. Erigan modda ionlari va molekulalari erituvchi molekulalari bilan birikadi. Natijada solvatlar deb nomlangan mahsulot hosil bo‘ladi. Solvatlar hosil qiluvchi jarayonlar solvatizatsiya deyiladi. Ayrim hollarda erigan modda zarachalari suv molekulalari bilan ta’sirlashadi va gidratatsiya jarayoni deyiladi.

### **Qaytmas va qaytar reaksiyalar**

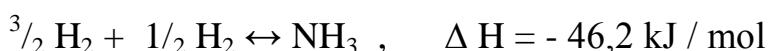
Faqat bir yo‘nalishda boradigan va reaksiyaga kirishayotgan boshlang‘ich moddalar ohirgi mahsulotlarga to‘liq aylanadigan reaksiyalar qaytmas reaksiyalar deyiladi. Bunday reaksiyaga kaliy xloratning (bertoliy tuzining) qizdirilganda parchalanishi misol bo‘la oladi:



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

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

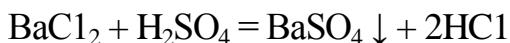
Qaytar reaksiyalarning tenglamalarida chap va o‘ng qismlari orasida qarama-qarshi tomonlarga yo‘nalgan ikkita strelka qo‘yiladi. Bunday reaksiyaga vodorod bilan azotdan ammiak sintezi misol bo‘la oladi:



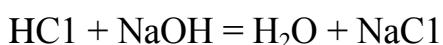
Moddalarni tahlil qilganda qaytar reaksiyalar, odatda, bir qancha qiyinchiliklar tug‘diradi. Shu sababli ular turli usullar, harorat, bosimni o‘zgartirish bilan amalda qaytmas qilinadi.

Quyidagi hollarda reaksiyalar qaytmas bo‘ladi:

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



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



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



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

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

### **Kimyoviy reaksiyalarning tezligi**

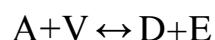
Reaksiya tezligiga reaksiyaga kirishayotgan moddalar konsentratsiyalarining ta’sirini birinchi bo‘lib rus olimi Beketov N.N. aniqlagan. Bu bog‘liqlik keyinchalik kimyoviy kinetikaning asosiy qonunini (ko‘pincha ta’sir etuvchi masalalar qonuni) deb tariflandi.

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

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

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

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



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

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

bu yerda :  $v_1$  – тоғыз реаксиyaning tezligi ;

$k_1$ -та'sirlashayotgan moddalarni tabiatiga, haroratga va bosimga bog'liq proportsionallik koeffisyenti (tezlik konstantasi);

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

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

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

bu yerda:  $v_2$  - teskari jarayonning tezligi ;

$k_2$ – ushbu jarayon uchun proportsionallik koeffisyenti (tezlik konstantasi);

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

### **Nazorat savollari:**

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

## **1.4. SIFAT TAHLILNING MAQSADI VAZIFALARI VA USULLARI**

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

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

Fransuz olimi L. J. Tenar birinchi marta amaliyotda tahlilni umumiyl tartibli borishini qo'lladi. U oltingugurtli birikmalarda kationlarni xususiyatiga ko'ra bo'linishiga asoslangan tahlilni, tartibli borishi o'rganilgan analitik kimyo haqida kitob yozdi.Keyinchalik tahlil usullari juda tezlik bilan rivojlandi va takomillashdi.

Murakkab moddalarning tarkibini aniqlaydigan, yangi kimyoviy elementlar kashf qiladigan va ularni atom og‘irliklarini o‘lchaydigan yangi usullar vujudga keldi. Bu yo‘nalishni takomillashtirishga shved olimi I. YA. Bertselius katta hissa qo‘shdi. Seziy, selen, toriy va tantal elementlarini kashf qilinishi shu olim nomi bilan bog‘langan.

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

Sifat tahlil quyidagilarni yyechishni o‘z ichiga oladi:

1. Berilgan moddani tabiatini (organik yoki neorganikligini);
2. Tahlil qilinayotgan moddaning turini (kislota, tuz, asos, kompleks birikma va hokazo);
3. Noma’lum moddaning atom, molekulyar, ion tarkibini aniqlashni;
4. Aniqlanayotgan moddani tarkibiy qismlarga ajratishni (kationlarga va anionlarga);
5. Tabiiy birikma va texnik materiallardagi (masalan, rudadagi kontsentratdagi, qotishmadagi va hokazolardagi aniqlanayotgan kimyoviy elementni topishni;
6. Aniqlanayotgan mahsulotdagi kimyoviy birikmalarni aniqlashni (masalan, gazlardagi, suykliklardagi, qattiq jismlardagi suvni, suv va havodagi ammiakni va hokazolarni);
7. Birikmalardagi element yoki birikma aralashmalarini aniqlashni. Masalan, po‘latdagi oltingugurt va fosforni, silikatlardagi temirni, sulfat kislotadagi qo‘rg‘oshin ionlarini, yuqori tozalikdagi alyuminiy qotishmalardagi galliy, vismut, surmani, tabiiy muhitdagi zararli aralashmalarini va hokazolarni;

Noma’lum namunani tarkibi o‘rganilayotganda sifat tahlil har doim miqdoriy tahlilga ta’sir etadi. Ya’ni namunani miqdoriy tarkibini aniqlash, uni sifat tahlil

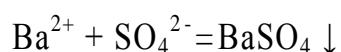
qilganda qanday usullardan foydalanganligi va tahlildan olingan natijalarga bog‘liq bo‘ladi.

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

Analitik alomatlarga moddalarni cho‘kmaga tushishi, gazga aylanishi kabi xarakterli xususiyatlardan tashqari quyidagilar kiradi:

1. Suvda, kislotada, ishqorda, organik eritmalarda eruvchanligi;
2. Qizdirishga (qisman va butunlay), qizdirib o‘chirishga, termik parchalashga va ko‘mirga aylantirishga munosabati;
3. Oksidlovchilarga, tiklovchilarga va kontsentrlangan sulfat kislotaga ta’sirchanligi;
4. Eritmaning rangini o‘zgarishiga;
5. Yondirgich (gorelka) ning rangsiz olovini rangini o‘zgarishiga;
6. Ma’lum formadagi kristallarni hosil qilishiga;
7. Erituvchilar ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ ) bilan qizdirganda o‘zgarishi va hokazolar.

Masalan, bariy sulfat uchun quyidagilar analitik alomat – oq rang, suvda, kislotada va asosda erimasligi,  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  uchun - oq rang, suvda va mineral kislotalarda erimasligi,  $\text{CaCO}_3 + \text{CO}$  da termik parchalanishi; kristallogidratlar uchun - qizdirilganda suvni ajralishi; organiq birikmalar uchun toblanganda ko‘mirga aylanishi; oksidlovchilar uchun – ularga ta’sir ettirilganda neytral yoki nordon eritmalarda yodni ajralishi; karbonatlar uchun - ularga kislotalar ta’sir ettirilganda uglerod (II) oksidini ajralishi;  $\text{Ba}^{2+}$  ioni uchun unga  $\text{SO}_4^{2-}$  ta’sir ettirilganda cho‘kmaga  $\text{BaSO}_4$  shaklida tushishi:



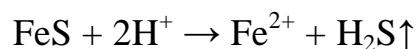
ammiak uchun – o‘tkir hidi; ayrim metallar (mis, oltin, temir) uchun -o‘ziga xos rangi; alyuminiy uchun - massasi hisoblanadi.

Kimyoviy xususiyatlari bir-biriga juda yaqin bir qoncha moddalarni aralashmalari tahlil qilinganda, ularni dastavval tarkibiy qismlarga ajratiladi. Shundan so‘ngra

alohida ionlarga (moddalarga) xususiyatli reaksiyalar ta'sir ettiriladi. Shuning uchun sifat tahlili moddalarni (ionlarni) alohida reaksiyalarni aniqlashdan tashqari, bu moddalarni tarkibiy qismlarga ajratish usullarini ham o'z ichiga oladi.

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

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



Sifat tahlilning eng muhim xususiyatlari quyidagilardan iborat:

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

2.Sezgirlik (aniqlanishchegarsi) - nihoyatda kam miqdordagi yoki konsentratsiyadagi komponentlarni aniqlash.

Sifat tahlilning bir necha usullari amaliyatda keng qo'llaniladi. Ular qo'yidagilardir:

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

9. Spektral sifat tahlil.

10. Xromatografik tahlil usullari.

11. Kinetik tahlil.

Sifat tahlilning turlari: Kimyoviy tahlilida moddani aniqlash eritmalarda olib borilsa “**ho‘l**” tahlil usuli deyiladi. Buning uchun aniqlanayotgan namuna eritma holiga o‘tkaziladi, so‘ngra hosil bo‘lgan eritmaga kerakli reaksiyalar ta’sir ettiriladi. Aniqlanayotgan eritmani eritma holiga o‘tkazishda disterlangan suvdan, uksus va mineral kislotalardan, ammiakni suvli eritmasidan, organik erituvchilardan foydalaniladi. Bir qancha sharoitlarda aniqlanayotgan namuna “**quruq**” tahlil yo‘li bilan tahlil qilinadi. Bunda aniqlanayotgan namuna eritma holiga o‘tkazilmaydi balki namuna tashqi kurinishiga, uchuvchanligiga egiluvchanligiga, tok o‘tkaziluvchanligiga, qizdirilganda olov ta’sir ettirilganda o‘zgarishlariga qarab tahlil qilinadi. Moddalarni tarkibini aniqlash ularni kimyoviy xususiyatlaridan foydalanilsa, tahlilning **kimyoviy usuli** deyiladi. Tahlilning kimyoviy usuli amaliyotda keng qo‘llaniladi. Lekin ularni bir qancha kamchiliklari mavjud, ya’ni ayrim hollarda namunani tarkibini aniqlash uchun aralashmalardan ajratish va toza holga keltirish kerak bo‘ladi. Kimyoviy reaksiyalardan foydalanmay aniqlanayotgan na’muna tarkibini aniqlaydigan tahlil usullari **fizikaviy tahlil** usullari deyiladi. Fizikaviy tahlil usullariga aniqlanayotgan moddaning optik, elektro, magnit, issiqlik va boshqa fizikaviy xususiyatlarini o‘rganishga asaslangan usullar kiradi. Oz miqdordagi namunani tahlil qilish ya’ni 0,1 grammdan kam bo‘lmagan moddani 1 ml. eritma qo‘sib tahlil qilish **makro usul**, bundan ham kam miqdordagi namunani tahlil qilish **mikro tahlil** usuli deyiladi. Tomchi tahlil qilinganda kapilyarlik (g‘ovaklik) va yuzaga singish (yutilish) hodisalari yordamida, bir paytda ishtirok etadigan turli xil ionlarni aniqlash va ajratish mumkin. Tomchi tahlilda alohida reaksiyalar farfor, shisha plastinkalarda yoki filtr qog‘ozda amalga oshiriladi.

**Mikrokristalloskopik** tahlil kristal shaklli birikma hosil qiladigan reaksiyalar yordamida kationlar va anionlarni aniqlashga asoslangan va hosil bo‘lgan kristallar mikroskopdan foydalanib kuzatiladi, bunda juda oz miqdordagi

moddalarni ham tekshirish mumkin va vaqt juda oz sarf bo‘ladi. Bir qancha elementdarni aniqlash uchun ya’ni poroshoksimon aniqlanayotgan modda qattiq reagent bilan farfor plastinkaga surkaladi. Aniqlanayotgan element rangi va hidi bilan ajralib tura-digan, xususiyatlari birikmalar hosil bo‘lishiga qarab aniqlanadi. Moddani **qizdirish** va **eritishga** asoslangan tahlil usulida aniqlanayotgan moddani o‘zi yoki biror reagent bilan birlashtiriladi yoki eritiladi, bunda moddaning rangi o‘zgarishi, gazsimon maxsulot ajralishi mumkin. Metallarni qizdirganda gorelkani rangga bo‘yashidan ajratish mumkin: K-binafsha, Na – sariq, Ca – g‘isht rangiga o‘xshash qizil, Ba – sarg‘ish yashil, Si – yashil rang beradi. Spektral sifat tahlil xir bir elementning o‘ziga xos chiziqlari spektr hosil qilib nurlanishiga asoslangan. Xromotografik tahlil usuli turli konsentrat-siyalarda olingan anorganik va organik qattiq, suyuq hamda gazsimon moddalarni ajratish va aniqlashda imkon beradi.

### **"ho‘l" va "quruq" usullar.**

Kimyoviv tahlilda moddani aniqlash eritmalarda olib borilsa "ho‘l" tahlil usuli deyiladi.

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

Ishlatilayotgan erituvchilarni tozaligi tahlilda to‘g‘ri natijalar olishning eng asosiv ko‘rsatgichi hisoblanadi. Chunki keyingi tahlillarga erituvchi tarkibdagi aralashmalar halaqit beradi. Temir (III) ionini kaliy (II) geksamianoferrat va  $\text{NH}_4$  lar yordamida aniqlash usuli "ho‘l" tahlil usuliga misol bo‘ladi.

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

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

### **Tahlilni kimyoviv usullari**

Moddalarni tarkibini aniqlashda ularni kimyoviv xususiyatlaridan foyda-lanilsa, tahlilni kimyoviv usullari deviladi.

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

### **Tahlilni fizikaviv usullari.**

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

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

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

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

Lyuminessent tahlil aniqlanayotgan namunada ultrabinafsha nurlar ta'sirida yuzaga keladigan flyuminessensiyani (yorug'likni nurlanishini) kuzatishga asoslangan. Ushbu usul tabiiy organik birikmalarni, minerallarni, bir qancha elementlarni tahlil qilishda qo'llaniladi.

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

Mass-spektrometrik tahlil usuli alohida ionlashtirilgan zarrachalarni aniqlashga asoslangan.

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

### **Makro - yarim mikro - va mikro tahlil usullari**

Mikrokimyoviy tahlil usuliga M.V.Lomonosov 1744 yilda tuzlarni sifat tahlil qilishda mikroskopni qo‘llashi bilan asos solindi. Keyinchalik rus akademigi T.E.Lovish bu usulni takomillashtirdi. 1881 yil T.G. Berins sifat makrotahlilni asoslarini yaratdi.

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

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

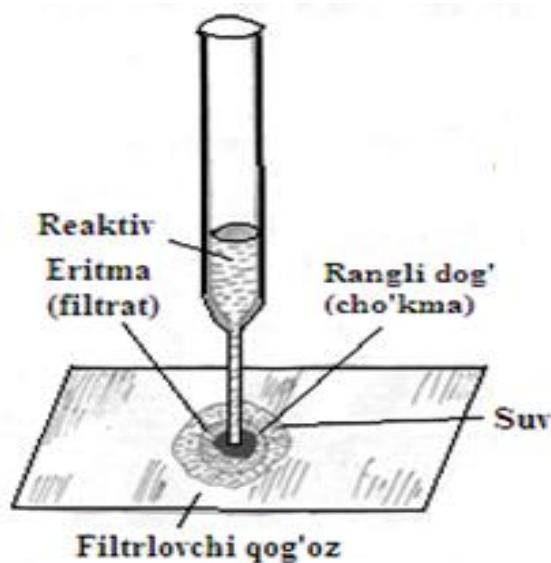
Makro usulda 0,1 grammidan kam bo‘lmagan moddani 1 ml eritma qo‘sib tahlil qilish mumkin. Reaksiya probirkalarda bajariladi. Bundan ham kam miqdordagi namunalarni tahlil qilinganda mikro usullardan foydalilanadi.

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

## **Tomchi tahlil**

Bu usul bilan tahlil qilinganda kapillyarlik (g'ovaklik) va yuzaga singish (yutilish) hodisalari muhim rol o'ynaydi, ya'ni bu hodisalar yordamida bir paytda ishtirok etadigan turli xil ionlarni aniqlash va ajratish mumkin. Tomchi tahlilda alohida reaksiyalar farfor, shisha plastinkalarda yoki filtr qog'ozda amalga oshiriladi. Plastinka yoki qog'ozga tahlil qilinayotgan eritma va kerakli reaktiv tomchisi tushiriladi. Buning natijasida ranggi o'zgarishi yoki kristall hosil bo'ladi.

Filtr qog'ozda reaksiya bajarayotganda, qog'ozni kapillyar-adsorbsion xususiyatidan foydalaniladi. Suyuqlik qog'oz bilan suriladi (shimib olinadi), rangi o'zgargan birikma qog'ozni uncha katta bo'lмаган yuza qismiga singadi (1.3-rasm), buning natijasida reaksiya sezuvchanligi ortadi.



**1.3-rasm.** Suzish qog'ozida tomchili tahlilni bajarilishi.

### **Nazorat savollari:**

1. Sifat tahlilning asoschilarini kimlar?
2. Sifat tahlil nimalarni yechishni o'z ichiga oladi?
3. Sifat tahlilning fizikaviy usullariga nimalar kiradi?
4. Sifat tahlilning kimyoviy usullari deb nimaga aytildi?

## **1.5. KASRLI VA TARTIBLI TAHLIL. IONLARNI NIQOBLASH VA NIQOBISIZLANTIRISH**

### **Kasrli tahlil**

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

Xalaqit beradigan ionlarni ajratib olmasdan, har qanday ketma – ketlikda ham, boshlangich eritmani alohida portsiyalaridan aniqlanayotgan ionni aniqlaydiganreaksiyalarni qo'llashga asoslangan tahlil usuli, kasrli tahlil deyiladi. Kasrli tahlil usuli N.A.Tananaev tomonidan mukammal ishlab chiqilgan. Kasrli tahlil usuli aniqlanayotgan eritmaning ko'p bo'lmaganna'munasi aniqlanayotgan ionni aniqlashga halaqit beradigan har qanday ionlarni ta'sirini bartaraf etadigan reaktivlar (yoki bir qancha reaktivlarni aralashmalar) bilan ishlov berishga asoslangan. «Masalan, xalaqit beradigan ionlar kam eruvchan cho'kma holida cho'ktiriladi. Cho'kma filtrlanadi va filtratda aniqlanayotgan ion xususiyatli reaksiya yordamida topiladi. Bunda kation va anionlarni aniqlash tartibi unchalik ahamiyat kasb etmaydi. Kasrli tahlilda birinchi navbatda yuqori sezuvchan xususiyatli reaksiyalar qo'llaniladi. Bu reaksiyalar aniqlanayotgan ionni

boshqa ionlar ishtirokida ham topishga imkon beradi. Bu usul ko‘p vaqt talab qilmaydi va halaqit beradigan ionlarni ajratadigan uzoq operatsiyalarni o‘rninialmashtiradi. Kasrli tahlil usul tarkibi taxminan ma’lum bo‘lgan aralashma tarkibidagi ionlarni miqdorini (birdanbeshtagacha) juda tezda topish imkoniyatini beradi. Bunday sharoitda aniqlanayotgan namunani to‘lik sifat tahlil qilish talab qilinmaydi, balki namunada ma’lum komponentlarni bor yuqligi aniqlanadi.

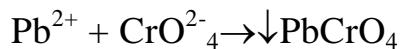
### **1-masala**

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

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

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

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



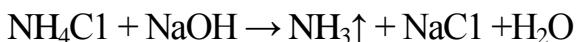
Ushbu sariq rangli eritmada  $Pb^{2+}$  ionlarini ishtirokini bildiradi

### **2-masala**

#### **$NH_4^+$ - ionini aniqlash va ajratish.**

Buning uchun aniqlanayotgan aralashmadan besh tomchidan ikkita probirkaga solinadi. Birinchi probirkaga (birinchi namuna) 2 normalli  $K_2SO_3$  yoki  $NaOH$

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



Ajralayotgan  $NH_3$  ni quyidagilardan aniqlash mumkin.

1. Hididan.

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

3. Kontsentirlangan xlor vodorod kislotada ho'llangan shisha tayoqchani probirka og'ziga yaqinlashtirganda, ammoniy xlorid "tutuni" hosil bo'lishidan.

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

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

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

Ionlarni guruhlarga bo'lishda quyidagi usullar qo'llaniladi:

1) ionlarni kam eruvchan birikma holida cho'ktirish;

2) ionlarni normal oksidlovchi qaytaruvchi potentsiallariga muvofiqlikda metallar bilan tiklash;

3) ionlarni tanlab adsorbsiyalash.

Biror modda ustida tahlil ishlari bajarilayotganda qo'shimchareaksiyalarga to'qnash kelinadi. Bu qo'shimcha reaksiyalar tahlilniborishini qiyinlashtiradi, ma'lum bir komponent bilan reaksiyagakirishadigan reaktiv, aniq-lanayotgan moddadagi boshqa ionlar bilanta'sirlashib ketadi. Bu hodisalar bir qancha quyidagi ko'ngilsiz, keragi yo'q ko'rinishlarga olib keladi:

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

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

Niqoblovchi neorganikmoddalar sifatida sianidlar, rodanidlar, ftoridlar, fosfatlar, ishqor metallarni tiosulfatlari ishlatiladi. Bundan tashqari niqoblovchi kompleks hosil qiluvchi moddalar deb nomlanadigan, organiq modda guruhi ham ma'lum. Bularga askorbin, vino, limon, shavel, salitsil kislotalari va ularni tuzlari, hamda kompleksonlari, tiromochevina, etilendiamin, dietilendifio-karbamat, atsetilatseton, unitiol (natriy 2,3-dimerkap-topropan-sulfonat) va boshqalar kiradi.

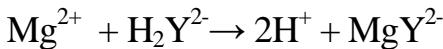
Quyida xalaqit qiluvchi ionlarni kompleks holiga o'tkazib niqoblaydigan reaksiyalar keltirilgan:

-Ge<sup>IV</sup>, Al<sup>3+</sup>, Be<sup>2+</sup> ionlari uchun:



Ag<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Co<sup>3+</sup>, Hg<sup>2+</sup> ionlari uchun:

Ag<sup>+</sup> + 2CN → [Ag(CN)<sub>2</sub>] ishqoriy-er metallarini kationlari uchun:



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

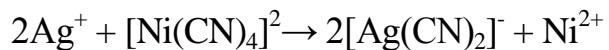
### **Niqoblangan ionlarni niqobsizlantirish**

Ko'p hollarda, turli xil usullar qo'llanmay niqobsizlantirilganionlar eritmaga

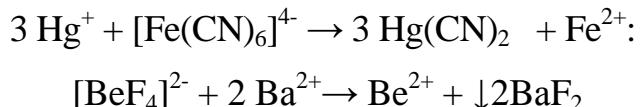
erkin holda o‘tadi. Niqoblash jarayoniga teskari jarayon kompleks ionlarnikompleksiga bog‘lanmagan ionlar hosil qilish niqobsizlantirish deyiladi. Niqobsizlantirish ham niqoblash kabi sifat va miqdoriy tahlilda keng qo‘llanadi.

Niqobsizlantirishga quyidagi reaksiyalar misol bo‘la oladi:

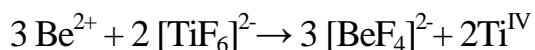
nikel ioni uchun:



temir (III) ioni uchun:



titan ioni uchun:



### **Nazorat savollari:**

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

## **1.6. MIQDORIY TAHLIL. MIQDORIY TAHLIL USULLARI VA KLASSIFIKATSIYASI**

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

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

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

Bu tahlil umumiy kimyo, kimyoviy texnologiya, foydali qazilmalarni tekshirish,

metallurgiya, biokimyo, o‘g‘itshunoslik va bir qator boshqa fanlar bilan chambarchas bog‘langan.

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

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

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

Analitik signal jadalligi, analitik signalni paydo bo‘lish  $L$  qo‘zg‘otadigan modda miqdori (kontsentratsiyasi) ga proprotsional.

Analitik signalning jadalligini o‘lhash kerakli o‘lhash asboblari orqali o‘tqaziladi. Masalan, gravimetrik tahlildagi analitik signal og‘irlik analitik tarozilarda, titrometrik tahlildagi analitik signal eritmalarini hajmi byuretkalar yordamida, spektro-fotometriyadagi analitik signal yorug‘lik-ning yutilishi spektrofotometr bilan, spektrografiyyadagi analitik signal yorug‘likni nurlanishini jadalligi spektro-graf yordamida, polyarografiyyadagi analitik signal tok yacheykasi orqali o‘tayotgan kuch - polyarograf bilan o‘lchanadi.

Signal jadalligi va komponentning konsentratsiya-sining miqdori o‘zaro bir qiymatli funksional bog‘lanish hosil qiladi va matematik funksiya u=S<sub>0</sub>ko‘rinishida bo‘ladi (1.4-rasm).

$y = Sc$  funksiya teng darajali funksiya.

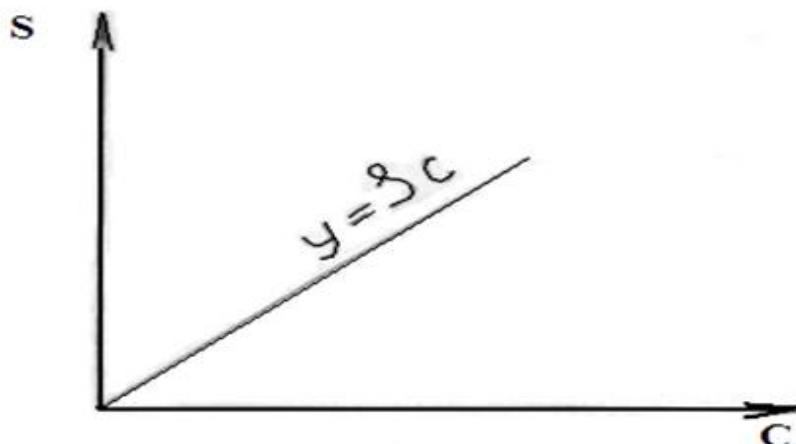
bunda:  $S$ -sezgirlik koeffisyenti;  $c$  - signal jadalligi.

Agar  $S = \text{const}$  bo‘lsa,  $S$  ning burchagi tik nishablikda bo‘ladi. Agar  $S$  kattalik o‘zgaruvchan bo‘lsa, sezgirlik koeffisyenti birinchi bosqichli tengdarajali nuqtaga teng bo‘ladi. Bu analitik maqsadlar uchun unchalik to‘g‘rikemaydi.

Teng darajali funksiyani topish uchun sezgirlikkoeffisyenti  $S$  ning qiymatini topish kerak. Buning uchuntekshirilayotgan moddadan olingan namunani tahlil qilishkerak. Agar namunani miqdori tahlilqilinayotganda, kimyoviy toza

moddaqo‘llangan bo‘lsa bular standart moddalar deyiladi. Buning uchun kimyoviy tozamoddalarda aralashmalarning aralashmalarni miqdori 0,05% dan ko‘pbo‘lmasligi kerak. Miqdorni o‘lchash uch xil yo‘l bilan olib boriladi:

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



**1.4-rasm.**  $y = Sc$  funksiya grafigi

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

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

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

So‘ngra aniqlanayotgan namunaning miqdori quyidagicha topiladi:

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

$$U_{st} / U_{aniq} = s_{st} / s_{aniq}, \quad (b)$$

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

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

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

- yakka aniqlash;
- paralell aniqlash;
- dinamik tahlil;
- ekspress aniqlash.

**- selektiv aniqlash** (aniqlanayotgan namunadagi bir qancha elementlar yoki birikmalar ichidan faqat bir element yoki birikmani aniqlash );

**-elementar tahlil** (organiq birikmalarni, ko'proq uglerod, vodorod, azot, kis-lorod miqdori aniqlanadi);

**ko'p elementli tahlil** (tarkibi murakkab bo'lgan materiallarni tekshirish);

**-funktsional tahlil** (organiq birikmadagi funksional gruppalarni miqdoriy aniqlash usuli);

**- molekulyar tahlil** (Birikma aralashmalaridan ajratib olinadi va birikmani konstantasi o'lchanadi(erish harorati, yorug'likni sinish ko'rsatgichi va bosh-qalar);

**- komponent tahlil** (namunani sifat va miqdoriy tarkibini aniqlash);

**- moddiy (haqiqiy) tahlil;**

**-subyektiv usullar** (aniqlanayotgan namunani xarakterini, jadalligini ko'z bilan ko'rib baholashga asoslangan);

**-obyektiv usullar** (kerakli asboblar yordamida analitik signallarni yuqori va past aniqlikda o'lhashsga asoslangan);

**-instrumental usullar** (maxsus priborlar, asboblar yordamida aniqlanayotgan ob'ektni tarkibiy qismlaridan birini konsentratsiyasini bir qancha fizik xususiyatlarini o'lhashsga asoslangan);

**-qo'shimchalar usulida** aniqlanayotgan eritmani bir yoki undan ko'p namunalarga ko'p miqdorda bo'lмаган aniqlanayotgan moddani standarteritmasi

qo'shiladi;

-**makroaniqlash, mikrokimyoviy aniqlash, detsi-grammli usulni** nisbatan katta miqdorini (0,1 gramm va ko'p) va eritmani ko'p hajmini (10 ml va ko'p) analitik tahlil qiladi;

-**mikro aniqlash, mikro tahlil, milligrammlı usulda** kam namunalar ( $10^{-3}$   $10^{-2}$  gramm) va aniqlanayotgan eritmani kam hajmi (1 ml atrofida) ustida analitik operatsiyalar bajariladi;

-**arbitraj (nizoli) tahlil** - bu materiallarni Davlat standarti talablariga javob berishi bermasligini aniqlaydigan kontrol tahlildir.

### **Miqdoriy tahlilni klassifikatsiyalanishi**

Miqdoriy tahlil quyidagicha klassifikatsiyalanadi:

I. Kimyoviy tahlil usullari

1. Gravimetrik usullar.

2. Titrometrik usullar (stexiometriklik nuqtasini vizualindikatsiyalanishi bilan).

II. Fizikaviy tahlil usullari

1. Spektral usullar.

2. Elektrokimyoviy usullar.

3. Termik usullar.

4. Depsimetrik usullar.

5. Radiometrik usullar.

III. Fizika - kimyoviy tahlil usullari

1. Polyarografik usullar.

2. Titrometrik usullar (stexiometriklik nuqtasini fizika-kimyoviy indikatsiya-lanishi bilan).

3. Optik usullar (molekulyar spektroskopiya).

4. Xronometrik usullar.

5. Nishonlangan atomlar usuli.

IV. Duragay usullar

1.Ekstraktsion usullar.

2.Xromotografik usullar.

V.Biologik usullar

### **Nazorat savollari:**

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

## **1.7. GRAVIMETRIK VA ELEKTROGRAVIMETRIK TAHLIL.**

### **TAHLILLAR MOHIYATI**

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

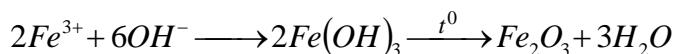
Gravimetrik tahlil modda massasini aniqlashga asoslangan.

Gravimetrik tahlil uch turga bo'linadi:

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

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

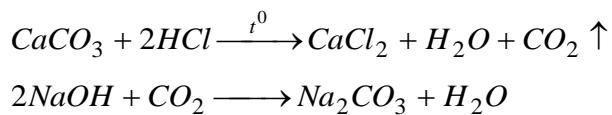
2. Cho'ktirish usulida aniqlanadigan modda kimyoviy reakciya yordamida tarkibi aniq bo'lgan qiyin eriydigan birikma holida cho'ktiriladi. Bunda cho'kma qizdirilib tarkibi aniq bo'lgan boshqa moddaga aylantiriladi va shu moddaning massasi analitik tarozida tortilib modda miqdori aniqlanadi. Masalan:



aniqlanadigan cho'ktiriladigan tortiladigan modda shakl.

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

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



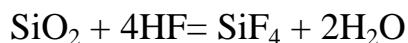
Teskari aniqlash usullarida aniqlanadigan modda to'liq parchalangandan keyin qolgan massasi o'lchanadi. Haydashdan oldingi va keyingi massalar farqi aniqlanadigan modda miqdorini hisoblash imkonini beradi.

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

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



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



Shunga o'xshash reaksiya mahsulotlaridan biror uchuvchan birikma beruvchi korbonatlar, ba'zi nitratlar va boshqalarni aniqlashda ham qullaniladi. Tahlil

qilinuvchi komponent miqdori qizdirish natijasida modda massasining o'zgarishi (ko'pincha kamayishi) yoki gazsimon reaksiya mahsulotining biror moddaga yutilishi natijasida uning massasini ortishi buyicha aniqlanadi.

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

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

Masalan, sulfatni cho'ktiruvchi shakli,  $\text{BaSO}_4$  temir (III) ionniniki esa  $\text{Fe(OH)}_3$  bo'ladi. Cho'kma filtrlanib yuvilgandan keyin quritiladi, yuqori temperaturada qizdirilib tortiladi va doimiy og'irlikka keltiriladi. Cho'kma quritilganda, yuqori temperaturada qizdirilgan vaqtda kimyoviy jarayon vujudga kelishi mumkin, masalan:



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

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



**1.5-rasm.** Elektron tarozi

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

Yirik kristall cho'kmalar va oson seziluvchi cho'kmalar filtr qog'ozda yuviladi. Amorf cho'kmalarini odatda filtrdan o'tkazishdan oldin dekantasiya usulidan foydalananib iliq suyuqlikda (ko'pincha suv) yuviladi. Buning uchun cho'kma ustidagi tiniq eritma ehtiyyotkorlik bilan filtr orqali so'ziladi. Cho'kmani dekantasiya qilib yuvish qayta cho'ktirish jaranida qo'llaniladi. Buning uchun birinchi hosil qilingan cho'kma to'liq filtrdan o'tkaziladi. Dekantasiya usuli bilan yuvilgandan so'ng eritiladi (filtrdag'i oz miqdordagi cho'kma ham) va qayta cho'ktiriladi. Filtr qog'ozdag'i cho'kma bir necha marta oz miqdordagi yuvuvchi suyuqlik bilan yuviladi. Tayyorlangan yuvuvchi suv bilan cho'kmani ko'p hajmdagi suv bilan yuvishdan ko'ra, oz-oz hajmda yuvish yanada yaxshiroq samara beradi.

Tahlilni oxirgi bosqichlaridan qizdirish va sovitib tortish natijasida namuna o'zgarmas og'irlikga keltiriladi, so'ngra tarozida tortiladi. Hisob kitoblar qilinib, tahlil natijalari o'rganiladi.

Qizdirish  $100-125^{\circ}\text{C}$  haroratda maxsus pechlarga olib boriladi. Bunda haroratni keskin ortishi jarayonini o'zgarishiga olib keladi.

$100-125^{\circ}\text{C}$  haroratda bir soat mobaynida qizdirilgan namuna maxsus moslamalarda (eksikator) sovitiladi. Maxsus moslamalarni sovitishda namuna o'z xossasini o'zgartirmaydi. Ochiq, havoda sovitilganda qizib turgan namuna atrofdagi namlikni o'ziga tortib olishi va o'z xossasini o'zgartirishi mumkin.

**Amalda qo'llanilishi.** Gravimetrik tahlil - eng universal usullardan biridir. U deyarli istalgan elementlarni aniqlash uchun qo'llaniladi. Gravimetrik tahlilni ko'p qismida bevosita aniqlash usulidan foydalilaniladi. Ya'ni aniqlanuvchi aralashmadan faqat kerakli komponent ajratiladi va shaxsan o'zi birikma kurinishda tortiladi. Davriy sistema elementlaridan bir qismi (masalan, ishqoriy metall bir qator boshqa birikmalar) ko'pincha bilvosita yo'l bilan tahlil qilinadi. Bunday hollarda avvalo

ikkita ma'lum komponent ajratilib, Gravimetrik shaklga o'tkaziladi. So'ngra birikmadan biri yoki har ikkisi boshqa Gravimetrik shaklga o'tkaziladi va yana cho'ktirilgan har bir komponent miqdori uchun murakkab bo'limgan usullar bo'yicha hisoblanadi.

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

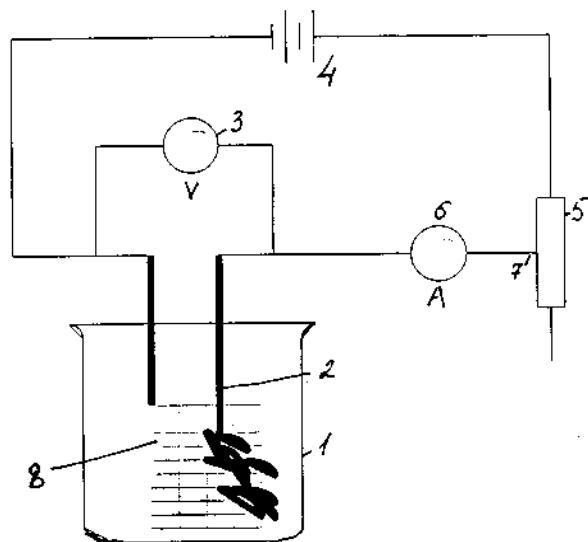
Elektrod sifatida ko'pincha platinali setka va spirallar qo'llaniladi. Aniqlanayotgan moddaning eritmasiga cho'kkani elektrodga qandaydir kuchlanish ulanadi. Qachonki u ma'lum belgilangan kattalika, yetganda, zanjirda tuxtovsiz tok oqadi. Bu kuchlanishni ko'payishi natijasida yuz beradi (elektrolitni elektrolitik ajralishi parchalanishi, elektroliz). Zanjirda elektroliz boshlanishdagi tashqi kuchlanishni minimal miqdori ajralishidagi kuchlanishi deyiladi va quydagicha belgilanadi  $E_{ajr}$

Amaliy jihatdan elektrodda moddaning ajralishi ancha yuqori kuchlanishlarda yuz beradi .

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

kuchsiz bog‘langan yirik kristallar shoxlarini hosil qiladi.

Konsentrlagan qutblanishda elektrodlangan yuzani eritma qushilishi yuz beradi. Bu eritmani yaxshilab aralashtirish bilan yuqotish mumkin.Ushbu usul tashqi E.Y.U.K qo‘llanganligi uchun tashqi E.Y.U.K li elektoliz deyiladi. Qurilma sxemasi quyidaga 1.6 - rasmida tasvirlangan.



**1.6- rasm.**Tashqi elektroliz qurilmasini sxemasi

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

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

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

bundan tashqari anodni yuqori tozalikdagi metalldan qilish ham mumkin.

Quyidagi 2-jadvalda ba'zi metallarni kuchlanishi keltirilgan.

2- jadval.

Metallarni kuchlanishi.

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

V ni bilib eritmadagi metallni kohsentratsiyasini bilish mumkin : Masalan,  
 $\text{CuSO}_4 \quad E_p = V = E_A - E_K; \quad E_k = E_A - 1,49$

Buyerda ,  $E_A$  – anoddagi kuchlanish;

$E_k$ - katoddagi kuchlanish.

$E_A$  – o'ta kuchlanganligini hisobga olib 1,7 V

$$E_k = 1,7 - 1,49 = 0,21 \text{ V}$$

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

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

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

Nerst tenglamasi bo'yicha:

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

$$E = E_o + (0,059 / n) \lg C$$

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

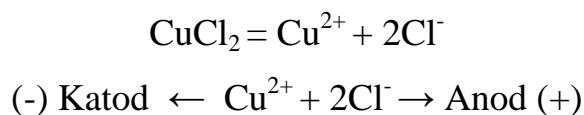
$$T = K$$

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

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

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

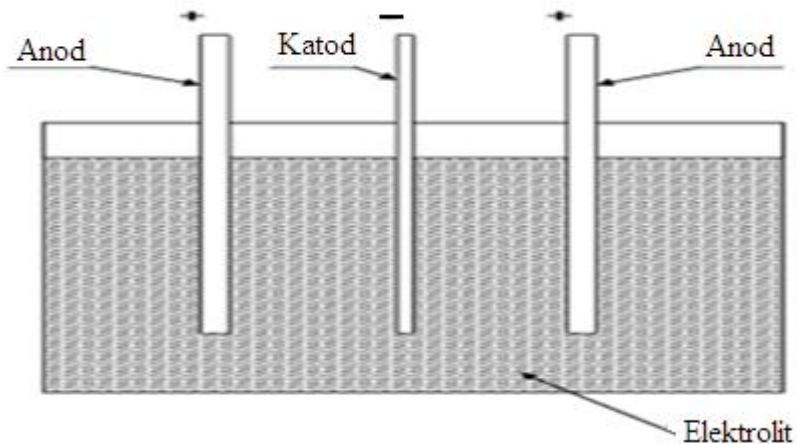
Masalan,  $\text{CuCl}_2$  ning suvdagi eritmasida  $\text{Cu}^{2+}$  va  $\text{Cl}^-$  ionlari katod va anod tomon yo'naladi:



Elektroldlardagi jarayonlar:



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



**1.7-rasm.** Misni elektrolitik tozalash sxemasi

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

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

Tuzlarni hosil qiluvchi kislatava ishqorlar xossalariiga qarab ularning

elektroliz jarayonida turli holatlar bo‘lishi mumkin (1.7-rasm).

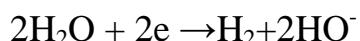
1) bunday tuzlar tarkibidagi metal ionining oksidlanish-qatarilish standart potensiali noldan katta bo‘lganda **katodda** faqat tuz hosil qiluvchi asos kationi (Cu-Au) qaytariladi.

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

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

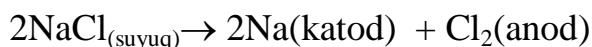
Elektroliz qilinayotgan tuz konsentratsiyasi, jarayonni olib borishdagi *tok zichligi* (tok kuchining elektrod sathiga nisbati), temperatura va boshqa sharoitlarning o‘zgarishi elektroliz mahsuloti, gaz va metallning miqdorlariga ta’sir qiladi. Bunday hollarda miqdoriy hisoblarni bajarish natijalari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

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



Elektroliz jarayonlari qo‘yidagilarda ko‘zatiladi:

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



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



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

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

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

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

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

Bu jarayonni unchalik toza bo‘lmagan misni va boshqa metallarni elektrolitik usulda tozalash — *rafinatsiya* qilish usuli deb ataladi.

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

### Nazorat savollari:

1. Gravimetrik va tlektrogravimetrik tahlillar nimani aniqlashga asoslangan?
2. Gravimetrik tahlil necha turga bo‘linadi?
3. O‘ta kuchlanish deb nimaga aytildi?
4. Ajralishdagi kuchlanish deb nimaga aytildi?

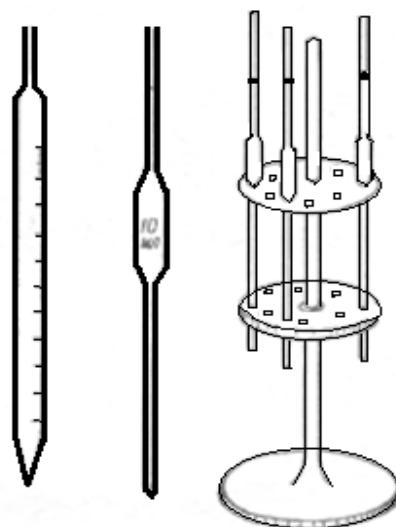
## 1.8. HAJMIY (TITRIMETRIK) TAHLIL. HAJMIY TAHLILNING MOHIYATI

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

Titr deb, odatda, 1 ml eritmadi erigan moddaning grammlar soniga aytildi. Masalan,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ning titri 0,0049 g/ml ga teng, ya’ni bu sulfat kislota shu eritmasining har bir millilitrida 0,0049 g  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bo‘lishini ko‘rsatadi. Titr  $T$  harf bilan belgilanadi:

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

Titri aniq ma’lum bo‘lgan eritma titrlangan eritma deyiladi. Tomchiatgich uchun qurilma 1.8-rasmda keltirilgan.

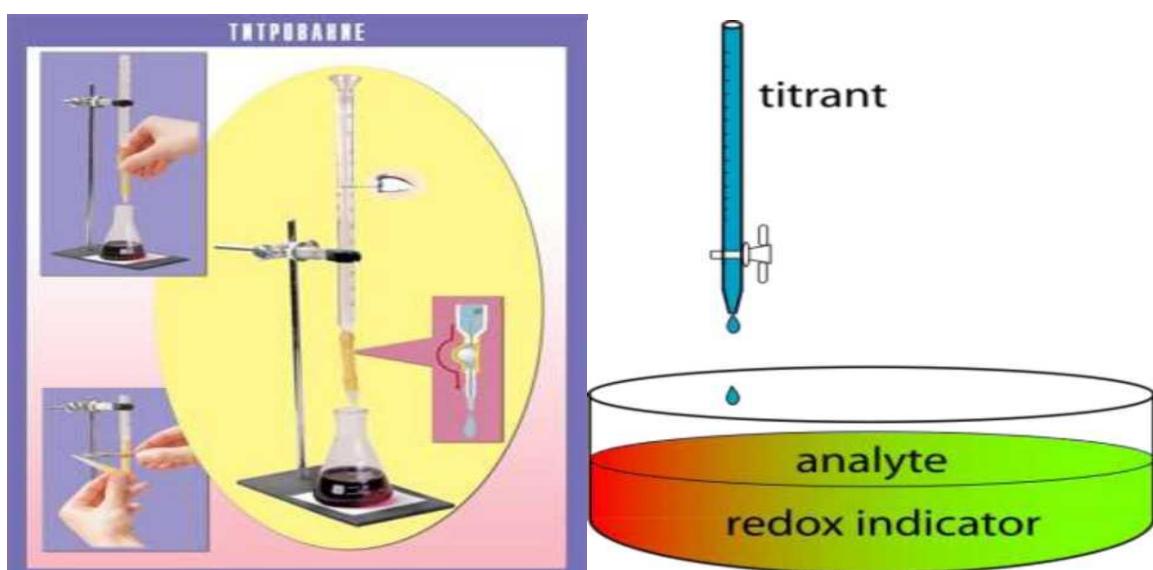


**1.8-rasm.** Tomchilatgich uchun qurilma

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

Ekvivalent nuqtaga erishilgandan so‘ng titrlash to‘xtatiladi. Titri aniq ishchi eritmaning sarflangan hajmi vakonsentratsiyasiga asoslanib tahlil natijasi

hisoblanadi. Aytaylik, eritmadagi sulfat kislota miqdorini aniqlash kerak bo'lsin. Buning uchun konussimon kolbaga tahlil qilinadigan eritmadaan aniq hajmi o'lchab pipetka bilan (1.9-rasm) va unga byuretka orqali tomchilatib titri aniq natriy gidroksid eritmasi tomiziladi. Ekvivalent nuqtasini aniqlash uchun fenolftaleindan foydalilaniladi, chunki eritma bir tomchi ortiqcha natriy gidroksid ta'siridan ham pushti rangga bo'yaladi. Kislota eritmalarida esa fenolftalein rangsiz bo'ladi.

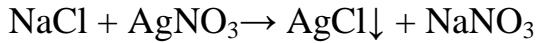
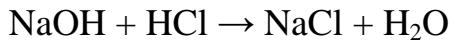


### 1.9-rasm. Titrlash uskunasi

Titrlashga sarflangan reaktiv eritmasining hajmini byuretkadan o'lchab olingan miqdor eritmaning titriga ko'paytirilsa, reaktivning grammlarda ifodalangan miqdori topiladi. Bundan reaksiyaning tenglamasi bo'yicha eritmadagi aniqlanayotgan modda miqdorini agar eritmaning hajmi ma'lum bo'lsa, uning titrini topish qiyin emas. Analatik tarozida tortish byuretkada hajm o'lchashga nisbatan aniqroq bo'lgani uchun, tortma tahlil hajmiy tahliliga nisbatan aniqroq bo'ladi. Lekin to'g'ri ishlansa bu farq shunchalik oz bo'ladiki, ko'pincha uni nazarga olmaslik ham mumkin. Shuning uchun, tahlilni tezroq bajariladigan hajmiy metod bilan olib borishga harakat qilinadi.

Titrlashni turli usullar yordamida amalga oshirish mumkin.

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



Teskari titrlashda ikkita titrantdan foydalaniladi. Tekshirilayotgan moddaga avval titrant 1 dan ortiqcha miqdorda qo'shiladi. Titrant 1 ning reaksiyaga kirishmay, ortib qolgan qismini titrant 2 bilan titrlaymiz. Titrant 1 moddasi bilan reaksiyaga kirishish uchun sarf bo'lgan miqdori uning hammasi bo'lib qo'shilgan miqdoridan titrlash uchun sarf bo'lgan miqdorining ayirmasidan topiladi. Masalan, eritmadi NaCl miqdorini AgNO<sub>3</sub> eritmasi yordamida to'g'ri titrlash yo'li bilan aniqlash mumkin, natriy xloridning miqdorini shuningdek, teskari titrlash usuli bilan ham aniqlash mumkin, buning uchun ortiqcha miqdorda titrant AgNO<sub>3</sub> eritmasidan qo'shiladi va uning AgNO<sub>3</sub> reaksiyaga kirishmagan qismini titrant 2 eritmasi bilan titrlanadi. NaCl bilan reaksiyaga kirishgan kumush nitrat eritmaning miqdori V, uning umumiyligi qo'shilgan miqdori V<sub>1</sub> va V<sub>2</sub> – NH<sub>4</sub>CNS moddasi eritmasi bilan titrlangan miqdori orasidagi farq bilan aniqlanadi:

$$V = V_1 - V_2;$$

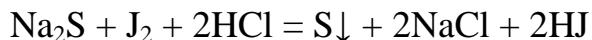


qachonki, moddani to'g'ri yoki teskari titrlash usullari mumkin emas bo'lsa, almashtirib titrlash usulidan foydalaniladi. Bunda tekshirilayotgan moddaga shunday bir modda qo'shiladiki, u ta'sirlanishi natijasida ma'lum ekvivalent miqdorda mahsulot hosil bo'ladi, mos keladigan titrant yordamida titrlanadi. Masalan, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, KJ va HCl qo'shib aniqlanadi. Oksidlanish - qaytarilish reaksiyasi natijasida hosil bo'lgan U<sub>2</sub>ning miqdorini Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilan titrlab aniqlanadi:

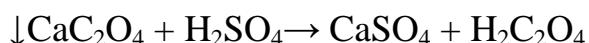
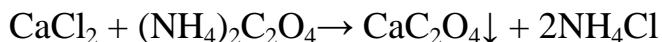
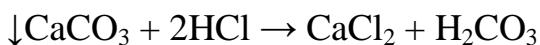


Teskari titrlash sekin boradigan oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarida ishlatiladi. Bunda titrlanayotgan aralashmaga titrant (1) dan ortiqcha miqdorda qo'shiladi va ma'lum muddat tindiriladi (reaksiya oxirigacha borishi uchun). Keyin titrantning ortiqcha miqdori boshqa titrant 2 yordamida titrlanadi. Bu usul masalan, olganda,

sulfidlarni aniqlash uchun ishlataladi. Natriy sulfid eritmasiga titrant 1-J<sub>2</sub> eritmasidan ortiqcha miqdorda qo'shiladi, uning shu ortiqcha miqdorini titrant 2-Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> eritmasi bilan titrlanadi, reaksiya quyidagicha boradi:



Almashib titplash usuli, aniqlanayotgan moddaning biror boshqa modda bilan reaksiyaga kirishishi natijasida hosil bo'lgan mahsulotga ekvivalent miqdorida ajralib chiqadigan o'rinnbosar moddani aniqlashda ishlataladi. Bu usul yordamida oksidlanish-qaytarilish reaksiyalariga kirishmaydigan moddalar titrlanadi. Masalan, CaCO<sub>3</sub> ni HCl da eritib, tahlil qilish mumkin. Eritma neytrallashtirilgandan keyin ammoniy oksalat (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yordamida CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub> holida cho'kmaga tushiriladi. Cho'kmaga H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yordamida ishlov beriladi va hosil bo'lgan oksalat kislota (o'rinnbosar modda) KMnO<sub>4</sub> eritmasi bilan titrlanadi, reaksiyalar quyidagicha sodir bo'ladi:



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

### **Nazorat savollari:**

1. Hajmiy tahlil mohiyati nimadan iborat?
2. Titr va titplashning farqini ayting?
3. Ekvivalent nuqta qanaqa qilib aniqlanadi?
4. Teskari titplashda qaysi reaksiyalarda ishlataladi?

## **1.9. HAJMIY TAHLILDA QO‘LLANILADIGAN REAKSIYALARGA QO‘YILADIGAN TALABLAR VA TAHLILNING KLASSIFIKATSIVASI**

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

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

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

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

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

Hajmiy tahlil usullarining klassifikatsiyasi.

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

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

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

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



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

Eritmadagi ishqorlar yoki suvdagi eritmarda gidrolizlanishi natijasida ishqoriy muhit hosil qiluvchi tuzlar konsentratsiyasini aniqlashda standart ishchi eritmalar sifatida kislota eritmasi ishlataladi. Bu turdag'i aniqlashlar *atsidimetriya* (lotincha "akidum" kislota) deb ataladi.

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

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

Cho'ktirish metodida aniqlanadigan ion standart ishchi eritma bilan ta'sirlashib, qiyin eruvchan birikma hosil qilib cho'kmaga tushadi. Cho'kma hosil bo'lish jarayonida muhit o'zgaradi, bundan foydalanib, ekvivalent nuqtani aniqlash mumkin bo'ladi. Masalan, titrimetrik tahlilda  $\text{Cl}^-$  ionlarini aniqlashda tekshirilayotgan eritma  $\text{AgNO}_3$  eritmasi bilan titralanadi. Indikator sifatida  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  tuzi eritmasi qo'shiladi. Tekshirilayotgan eritmada  $\text{Cl}^-$  ionlari  $\text{AgCl}$  holida cho'kmaga to'liq o'tganda keyin qo'shilgan  $\text{AgNO}_3$  qizil g'isht rangli  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  cho'kmasini hosil qiladi.  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  cho'kmasi hosil bo'la boshlashi sezilgan zahoti titrlashni to'xtatish kerak.

Titrimetrik cho'ktirish metodlari ham turlichay nomlanadi. Bunda qanday

standart ishchi eritmadan ishlatilganligiga asos qilib olinadi. Masalan, ana shu maqsadda  $\text{AgNO}_3$  eritmasidan foydalanilsa, arintometrik yoki ishchi eritma sifatida  $\text{NH}_4\text{CNS}$  eritmasidan foydalanilsa, rodanometriya metodi deb ataladi.

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

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

Eritma tarkibidagi aniqlanayotgan ionning xususiyatiga qarab, miqdoriyaniqlashlarda standart ishchi eritma sifatida (qaytaruvchi ionlar  $\text{Fe}^{+2}$ ,  $\text{CrO}_4^{-2}$ ,  $\text{NO}_2^-$  va boshqalar, yoki oksidlovchi ionlar  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ ,  $\text{MnO}_4^-$ ,  $\text{ClO}_3^-$  va boshqalar) mavjud bo‘lgan tuzlar eritmasidan foydalaniladi. Ayrim oksidlanish-qaytarilish usullarini nomlashda tahlilda qanday standart ishchi eritma ishlatilganligiga asoslaniladi.

Titrlangan eritmalarini tayyorlash uchun moddalar ushbu talablarga javob berishi kerak:

1. Modda kimyoviy toza bo‘lishi kerak, ya’ni tarkibidagi begona qo‘shimchalar analiz aniqligiga ta’sir etmaydigan (0,05-0,10% gacha) bo‘lishi lozim.
2. Moddaning tarkibi uning formulasiga to‘la mos kelishi zarur. Masalan, kristalogidratlarning formulasida qancha suv ko‘rsatilgan bo‘lsa, ularning tarkibida ham shuncha suv bo‘lishi kerak.
3. Modda quruq holda saqlanganda ham eritma holda saqlanganda ham barqaror bo‘lishi lozim.
4. Moddaning gramm – ekvivalent qiymati mumkin qadar katta bo‘lishi yaxshiroq, chunki bu eritmaning normalligini aniq topishga imkon beradi.

Ko'rsatilgan talablarga javob beradigan moddalar boshlang'ich moddalar deb ataladi. Chunki ulardan foydalanib, qolgan boshqa moddalarning titri aniqlanadi. Masalan, NaOH eritmasining normalligini aniqlashda standart (boshlang'ich) ish eritmasi sifatida oksalat kislota eritmasidan, xlorid kislota eritmasining normalligini topishda natriytetrabarbat  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  tuzining standart ish eritmasidan foydalaniladi.

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

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

1. Standart eritma tayyorlashda ishlataladigan dastlabki modda iloji boricha kimyoviy jihatdan toza bo'lishi kerak.
2. Dastlabki modda titrlanadigan moddalar oson va tez reaksiyaga kirishishi lozim.
3. Dastlabki modda eritmasi uzoq vaqtgacha o'zgarmasdan saqlanib turishi kerak.
4. Dastlabki modda bilan tekshirilayotgan modda orasida sodir bo'ladigan reaksiyalar iloji boricha to'g'ri titrlash yo'li bilan olib borilishi zarur.
5. Titrlash jaroyonini iloji boricha tez va aniq tugatish kerak. Titrlashning oxiri (ekvivalentlik nuqtasi) oson va aniq topiladigan bo'lishi lozim.
6. Dastlabkimoddaning titrini aniqlash uchun alohida-alohida na'munalar tortib olib, ularni ma'lum bir hajmdagi erituvchida eritish va titrini aniqlash maqsadga muvofiqdir. Bunda tortma iloji boricha ko'proq (bir necha yuz mg) olingani maql.

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

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

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

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

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

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

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

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

Hajmiy analizda yo‘l qo‘yiladigan xatolar sistematik va tasodifiy xatolarga bo‘linadi. Sistematik xatolar uncha katta emas. Sistematik xatolar titrlash jarayonida quyidagi sababga ko‘ra vujudga keladi. Masalan, tekshirilayotgan eritmani titrlash paytida ekvivalentlik nuqtasiga erishish uchun 0,01 ml standart ish eritmasi zarur bo‘lsin, ammo buyuretkadan eritmaga qo‘shilayotgan tomchining hajmini 0,06 ml. shuning uchun oxirgi tomchi qo‘shilganda ortiqcha konsentratsiya hosil bo‘ladi va

uning hajmi  $0,06 - 0,01 = 0,05$  ml ni tashkil etadi. Titrlash jarayonida sarflangan ish eritmasining umumiy hajmi 25,00 ml bo'lsa, yo'l qo'yiladigan xatolik 0,2 % ni tashkil etadi. Demak, titrlash jarayondagi xatolikni kamaytirish maqsadida imkoni boricha buyuretkalardan tushayotgan tomchi hajmi kichik bo'lsin.

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

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

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

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

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

Standart eritmalar quyidagi talablarga javob berishi kerak:

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

Titrometrik tahlilda barcha kimyoviy reaksiyalar ham qo'llanilavermaydi.

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

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

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

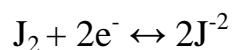
Titrometrik tahlilda turli turdag'i reaksiyalar qo'llaniladi. Bularga kislotali asosli birikish, kompleks hosil bo'lish va hokazo reaksiyalar kiradi. Bu turdag'i reaksiyalar titrometrik tahlil shartlarini tasirlantirish kerak. Ayrim titrometrik usullar asosiy reaksiya turi bo'yicha yoki titrant nomi bilan aytildi. Masalan, argentometrik usulda  $\text{AgNO}_3$  titrant, permanganatometriyada -  $\text{KMnO}_4$  eritmasi va hokazo. Titrlash usuli ekvivalent nuqta topishga qarab rangli indikatorlar qo'llashga asoslangan potensiometrik, konduktometrik, fotometrik va hokazo usullarga ajratiladi.

#### **Nazorat savollari:**

1. Hajmiy tahlil mohiyati nimadan iborat?
2. Titr va titrlashning farqini aytинг?
3. Hajmiy tahlil usullarining klassifikatsiyasi aytинг?
4. Titrmetrik analizdagi qanday xatoliklarga yo'l qo'yiladi?

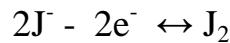
### **1.10. YODOMETRIYA VA PERMANGANATOMETRIYA USULLARI**

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

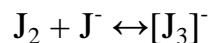


Yod barcha galogenlar singari elektronlarni oson bera oladigan moddalardan(qaytaruvchilardan) elektronlarni tortib oladi, shuning uchun erkin yod  $\text{KMnO}_4$  va  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  lardan kuchsiz oksidlovchi hisoblanadi.

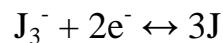
$\text{J}^-$  ionlari elektronlarni biriktirib olishiga moyil moddalarga (oksidlovchilarga) elektronlarni oson beradi, ya’ni  $\text{J}^-$  anionlari qaytaruvchilar jumlasiga kiradi:



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



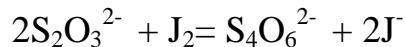
Yodometrik titrlashda sodir bo‘ladigan reaksiyalarning prinsipial sxemasini qo‘yidagicha tasavvur qilish mumkin:



Bu sistemaning oksidlanish-qaytarilish potensiali reaksiya kislotali muhitda sodir bo‘lsa, vodorod ionlarining konsenetrasiyasiga bog‘liq emas.

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

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



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

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  eritmasini yod eritmasi bilan titrlashda yod eritmasining to‘q-qo‘ng‘ir

tusi tezda yo‘qoladi.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ni titrlash uchun olingan hamma eritma titrlanib bo‘linganda titrlanayotgan suyuqlik bir tomchi yod eritmasi qo‘shilishi bilan och sariq tusga kiradi. Indikator sifatida yod uchun nihoyatda sezgir reaktiivkraxmal eritmasini ishlatish anchaqulaylik tug‘diradi, kraxmal yod bilan birikib, to‘q ko‘k tusli adsorbsion birikma hosil qiladi. Kraxmal eritmasidan foydalanilganda titrlash oxiridasuyuqlikka yod eritmasidan ortiqcha bir tomchi qo‘shish bilan u ko‘k tusga kiradi, suyuqlikning bu tusi esa barqaror bo‘ladi (o‘chib ketmaydi), bunga asoslanib titrlashning oxiri aniqlanadi.

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



### **Yodometrik aniqlashni o‘tkazish shartlari;**

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

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

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



Bu reaksiyada hosil bo‘ladigan gipoyodid  $\text{JO}^-$  ionlar  $\text{J}_2$  qaraganda kuchli oksidlovchi bo‘lganidan



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

1. Yod suvda kam eruvchan modda bo‘lganligi sababli oksidlovchilarniyodométrik titrlashda KJ dan anchagina mo‘l miqdorda ishlatishga to‘g‘ri keladi.

2. Ko‘p miqdorda KJ va kislota qo‘silsada aniqlanayotgan oksidlovchi bilan J<sup>-</sup> ionlari orasidagi reaksiya odatda yetarli tezlikka ega bo‘lmaydi. Shuning uchun KJ eritmasiga oksidlovchi qo‘silgandan keyin birmuncha vaqt kutib turiladi va so‘ngra, reaksiya vaqtida ajralib chiqqan yodni titrlashga kirishiladi.

3. Titrlash oldidan reaksiyon aralashmani qorong‘I joyda saqlash kerak, chunki yorug‘lik J<sup>-</sup> ionlari bilan havo kislorodi orasida bo‘ladigan quyidagi qo‘sishma reaksiyani tezlatib yuboradi



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

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

Kraxmal eritmasi mikroorganizmlarni oziqlantiruvchi muhit bo‘lib , tez bo‘zilib qolishini ham nazarda tutish kerak. Agar kraxmal eritmasini tayyorlashda unga bir necha milligramm HgJ<sub>2</sub> qo‘silsa, ancha barqaror eritma hosil bo‘ladi.

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

**Permanganometriya** titrometrik tahlilni bir turi bo‘lib, ishchi titrant eritma sifatida  $\text{KMnO}_4$  eritmasi ishlatiladi. Usul  $\text{MnO}_4^-$  ni oksidlash - kaytarilish reaksiyalarga asoslangan. Oksidlanishninordon kislotali muhitda ham, ishqoriy muhitda ham o‘tkazish mumkin.

Aniqlanayotgan eritmani kislotali muhitda titrlash jarayonida permanganat eritmasini malina - qizil rangi yuqoladi. Lekin ikki valentlik nuqtasiga etgandan keyin  $\text{KMnO}_4$  eritmasini tomchilab qo‘shilishida, suyuqlik rangi asl, holatiga qaytadi.

Indikator sifatida  $\text{KMnO}_4$  o‘zi xizmat qiladi.

Nordon holatda  $\text{MnO}_4^-$  oksidlanganda, oqish rangli  $\text{Mn}^{2+}$  ionlarigacha qaytariladi. Kuchsiz kislotali, neytral va ishqoriy eritmalarda  $\text{MnO}_2$  dioksidigacha qaytariladi, tug‘rirogi qo‘ngir cho‘kma holida ajraladigan magniy gidratigacha  $\text{MnO}(\text{ON})_2$  qaytariladi.



( $E_0$  oksidlovchi-qaytaruvchi potensiali)

$\text{KMnO}_4$  ni oksidlash xususiyati kislotali muhitda, ishqoriy muhitdagiga nisbatan katta, shuning uchun  $\text{KMnO}_4$  kislotali muhitda kuchli oksidlovchi hisoblanadi.

Uni quyidagi tiklovchi, qaytariluvchilarini aniqlashda qo‘llaniladi:

- metall ionlarni ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^+$ ,  $\text{Mn}^+$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Mo}^{3+}$ );

- metalmas ionlarni ( $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{J}^-$ ,  $\text{Br}^-$ );

- tiklovchilarini anionlarini ( $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{N}$ ).

Ushbu usul qaytaruvchilarini va oksidlovchilarini miqdoriy tahlil qilishda keng ishlatiladi.

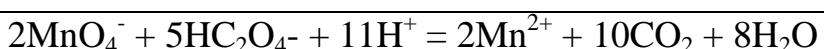
Tiklovchi ishchi  $\text{KMnO}_4$  eritmasi bilan tug‘ri bevosita titrlash orkali aniqlanadi. Oksidlovchilar teskari titrlash yo‘li bilan aniqlanadi. Bunda aniqlanayotgan oksidlovchini eritmasiga, aniq tekshirilgan tiklovchini eritmasi qo‘siladi.

$\text{KMnO}_4$  ni kislotali muhitda ekvivalenti  $\frac{1}{5}\text{KMnO}_4$ , neytral ishqoriy muhitda  $\frac{1}{3}$

KMnO<sub>4</sub>. Laboratoriya sharoitida ko‘pincha 0,02-0,07 normalli KMnO<sub>4</sub> erit-masi ishlatiladi.

**Ishchi eritmalar:** Titrlangan KMnO<sub>4</sub> eritmasini uni kristall holdagi preparatidan tayyorlash mumkin emas, chunki doim uning tarkibida parchalanishdan hosil bo‘lgan MnO<sub>2</sub> va boshqa maxsulotlar bo‘ladi. KMnO<sub>4</sub> aniq kohsentratsiyasini topishdan oldin eritmasini qoramatir idishda 7-10 kun saqlab turiladi. Bu vaqt ichida kaytaruvchi maxsulot oksidlanadi, natijada eritmada suvda eriydigan turli mikdordagi changlar, organiq birikma qoldiqlari va boshqalar bo‘ladi. Bu jarayonlarni tezlashtirish uchun ba’zan KMnO<sub>4</sub> eritmasi qaynatiladi. Suvda ham oksidlanish-qaytarilish xossasi bo‘lib u permanganatni qaytarishi ham mumkin ekanligini hisobga olish kerak. Bu reaksiya juda sekin boradi ammo to‘g‘ridan-to‘g‘ri yorug‘lik nurini ta’siri KMnO<sub>4</sub> ni parchalab MnO<sub>2</sub> hosil bulishini tezlashtiradi shu sababli 7 -10 kundan keyin cho‘kma MnO<sub>2</sub> ni yuqotish shart.

Eritma odatda ehtiyyotkorlik bilan boshqa idishga quyiladi yoki shisha filtrdan foydalanim filtranadi. Shu asosda tayyorlangan uncha kichik bo‘lmagan konsentratsiyali KMnO<sub>4</sub> (0,05 n. va undan yuqori  $f_{ekv} = \frac{1}{5}$ ) eritma o‘z titrini uzoq vaqtgacha saqlaydi. KMnO<sub>4</sub> eritmasining titri suvsiz natriy oksalat Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yoki oksalat kislotasi H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O yordamida topiladi. KMnO<sub>4</sub> bilan oksalat kislotaning birikish reaksiyasi avtokatalitik jarayon hisoblanadi.

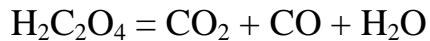


Bunda Mn<sup>2+</sup> ionlari katalizator bo‘ladi. Birinchi tomchi hatto issiq bo‘lsa ham juda sust ragsizlanadi. Titrlash davrida ayni reaksiya uchun katalizator bo‘ladigan Mn<sup>2+</sup> ionlari konsentratsiyasini o‘sishi bilan reaksiya tezligi oshadi. Ya’ni reaksiya o‘z-o‘zidan katalizator holiga o‘tadi.

Eritma titrini mishyak (III) yoki temir metali bilan ham aniqlash mumkin. Agarda keyinchalik tahlilda ayni element miqdorini aniqlash kerak bo‘lsa, temir metali orqali KMnO<sub>4</sub> eritmasini standartlash yanada yaxshi bo‘ladi.

Permangonometrik usulda qaytaruvchilar Fe(II) tuzlari, oksalat kislotasi va bir qator boshqa eritmalarini ham qo‘llash mumkin. Ayni holda oksidlovchilar miqdori bilvosita usul bilan aniqlanadi. Havoda Fe(II) eritmasi sekin asta oksidlanadi,

ayniqsa neytral eritmada bu yaqqol ko‘rinadi. Kislotali holga keltirish oksidlanish jarayonini susaytiradi. Lekin odatda Fe(II) eritmasini ishlatish oldidan, uni titrini tekshirish tavsiya etiladi. Eritmada oksalatlar va natriy oksalatlar sustlik bilan parchalanadi:



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

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

### **Qaytaruvchi modda miqdorini aniqlash**(bevosita titplash):

Permanganometriya usul temir,uran oksalatlar, nitrit va boshqa modda miqdorini aniqlashda qo‘llaniladi.

Permanganometriyaning amalda muhim qo‘llanishidan biri temir miqdorini aniqlashdir. Tahlil uchun keltirilgan namuna tarkidida odatda uch valentli temir bo‘ladi. Shu sababli titplash oldidan uni temir (II) ga qaytarish kerak. Agar tahlil qilinuvchi namunada faqat temir (II) bo‘lsa uni sulfat kislotali muhitda bevosita  $\text{KMnO}_4$  eritmasi bilan titrlanadi. Titplash natijasida hosil bo‘lgan temir (III) bir oz qiyinchiliklar tug‘diradi.

**Oksidlovchilarini aniqlash (bilvosita yoki qoldiq bo‘yicha titplash).** Oksidlovchilar oksalat kislota yoki natriy arsenatlarni standart eritmalari bilan qaytariladi va ortiqcha qaytaruvchi esa kaliy permanganat bilan titrlanadi.

**Oksidlanish-qaytarilish xususiyatiga ega bo‘limgan ionlarni aniqlash (almashtirib titplash bilan).** Bu usul bilan kam eruvchan oksalatlar hosil qiluvchi kationlar, masalan kalsiy, stronsiy, bariy, qo‘rg‘oshin, ruh va boshqalarni aniqlash mumkin. Eritmadagi kaliy miqdorini aniqlash uchun uni  $\text{CaS}_2\text{O}_4$  suvda cho‘ktiriladi, filtrlanadi va yaxshilab yuvilgandan so‘ng cho‘kma sulfat kislotadan eritiladi va ajralib chiqqan oksalat kislota kaliy permonganat bilan titrlanadi.

### **Nazorat savollari:**

1. Yodometriya usuli nimani aniqlaydi?
2. Yodometriya usulida indikator sifatida nima ishlatiladi?
3. Permangonometriya usuli nimani aniqlaydi?
4. Permangonometriya usulida indikator sifatida nima ishlatiladi?

## 1.11. KISLOTALI ASOSLI TITRLASH

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

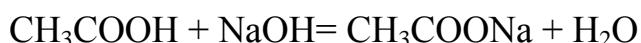
Kislotali asosli titrlashda qo'llanadigantir NaOH, KOH, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kislatalarni eritmalarini titrlash uchun ishchi, Na<sub>2</sub>Bi<sub>4</sub>O<sub>2</sub>·10 H<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SrO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O qo'llaniladi.

Ekvivalent nuqtasi:

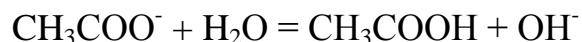
$$\begin{aligned} \text{H}^+ + \text{OH} &\rightleftharpoons \text{H}_2\text{O} \\ [\text{H}^+] &= [\text{OH}]; \\ K_v = [\text{H}^+][\text{OH}^-] &= 10^{-14}; \quad [\text{H}^+]^2 = 10^{-14}; \\ [\text{H}^+] &= 10^{-7}; \\ \lg [\text{H}^+] &= -7; \quad \text{pH} = -\lg [\text{H}] \end{aligned}$$

$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-]$  - tenglik kuchli kislatalarning kuchli asoslar bilan yoki kuchli asoslarni kuchli kislatalar bilan titrlaganda o'rinni bo'ldi.

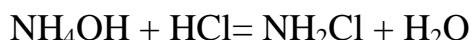
Kuchli kislatalar kuchli asoslar bilan titrlanganda:



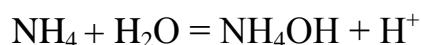
Ma'lum qism anionlar gidrolizlanadi



kuchsiz asosni kuchli kislata bilan titrlanganda ekvivalentlik momenti pH>7 bo'ldi.



reaksiyada ma'lumqism kationlar gidrolizlanadi.



ekvivalentlik momenti  $\text{pH} < 7$

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

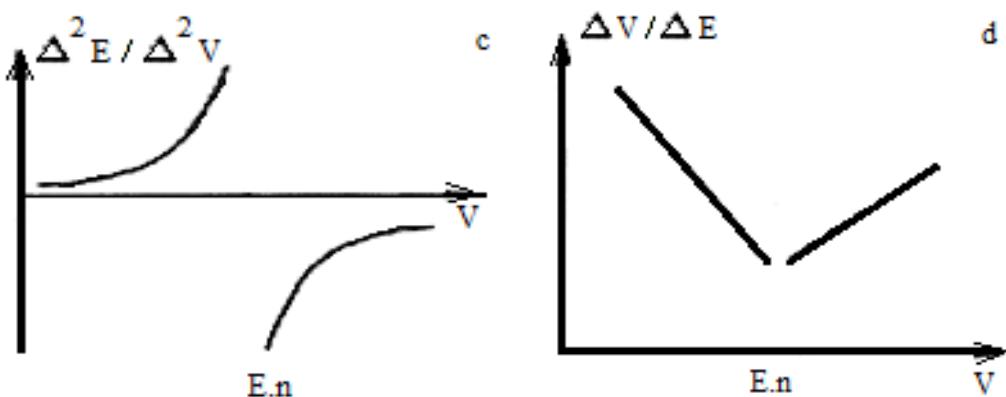
Lakmus muhitning klassifikasiyasini aniqlash uchun ishlataladi, nordon muhitda ko'karadi ishqoriy muhitda qizaradi.

Kislotali-asosli titrlash quyidagi usullarda qo'llaniladi:

1. Redoksimetriya ( oksidlovchi - qaytaruvchi reaksiyalarda qo'llaniladi);
2. Permanganatometriya ( $\text{HNaO}_4$  oksidlanishi);
3. Yodometriya (J-oksidlanishi);
4. Kaliy dixromat bilan ( $\text{K}_2\text{Sr}_2\text{O}_7$ );
5. Bromoteriya ( $\text{KBr}_2\text{O}_8$ );
6. Serimetriya ( $\text{Ce}^{4+}$  ionlaribilan );
7. Vanaditometriya ( $\text{VO}_2$  ionlaribilan );
8. Titrometriya ( $\text{Ti}^{3+}$  ionlaribantiklash).

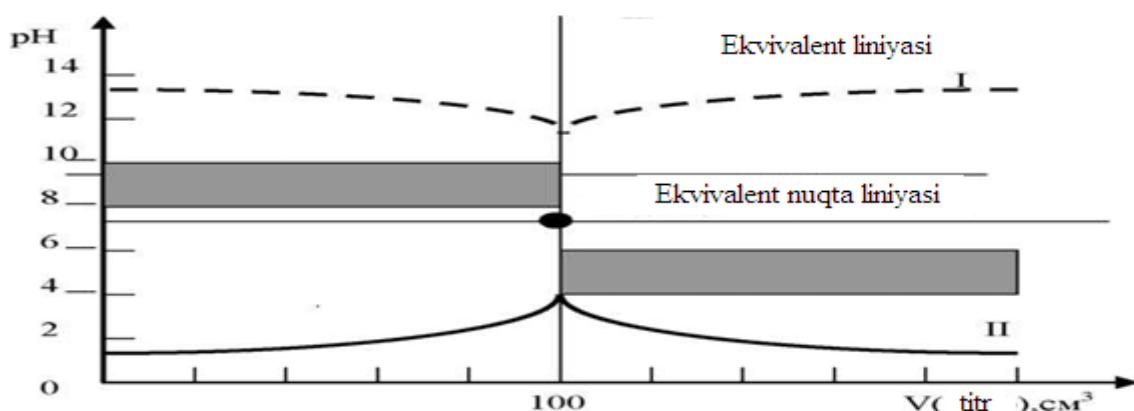
Titrlash egri chiziqlari va indikator tanlashkislota –asosli birikish reaksiyasiga asoslangan usullarda, titrlash egri chiziqlar eritma pH ni odatda qo'shilgan eritmani hajmiga bog'liq bo'lishini kursatadi. Titrlash egri chiziqlarini to'zishda pHqiymati hisoblanadi.

4. Ekvivalent nuqtaga qadar (e.n.q.)
5. Ekvivalent nuqtada (e.n.)
6. Ekvivalent nuqtadan keyin (e.n.k)



**1.10-rasm.** Titrlashdagi aniqlangan egri chiziqlari

Titrlash egri chiziqli ekvivalent bilan kesishgan joyi **ekvivalent nuqta**, hamda uni neytrallik chizig‘i bilan kesishgan joyi esa **neytrallanish nuqtasi** deyiladi. Kuchli kislotani kuchli asos bilan titrlashda ekvivalent va neytral nuqtalar bir-biriga mos keladi. Agarda ekvivalent nuqta yaqinida pH ni keskin o‘zgarishi **titrlash sakramasi** deyiladi. Bu titrlash egri chizig‘ini eng muhim tomoni hisoblanadi, chunki titrlash sakramasi buyicha indikator tanlanadi va boshqa masalalar hal qilinadi. Titrlash vaqtida (1.10-rasm) pH ni keskin o‘zgarish sohasi reaksiya muvozanat konstantasi va reagentlar kohsentratsiyasi bilan aniqlanadi. Ko‘pchilik titrometrik usullarda xatolik 0,1 % dan ortmaydi.



**1.11-rasm.** Titrlash vaqtida pH ni keskin o‘zgarishi

Titrimetrik tahlillda ekvivalent nuqtani aniqlash uchun indikatorlar qo‘llaniladi. Titrimetrik tahlil aniqlash davrida asos sifatida birinchi bo‘lib, kaliy karbonat qo‘llanilib, ekvivalent nuqtaning gaz ajralishini to‘xtashi bilan belgilanadi. Keyinchalik kislot-a-sosli titrlashda rangli inldikatorlar keng tarqaldi. Bunday rangli eritma pH ga bog‘liq bo‘laldi. Rangli inldikatorlarni titrlashni birinchi bo‘lib 1767 yil U.Lioys bajardi va birinchi qo‘llagan inldikator lakmus bo‘ldi, garchi turli o‘simgilik va ekstraklarni inldikatorlik xossalari ancha oldin ma’lum bo‘lsa ham, birinchi bo‘lib lakmusni qo‘lladi.

Kislot-a-sosli indikatorlar o‘tish intervali ekvivalent nuqtaga erishildimi yoki erishilmadimi bundan qatiy nazar o‘z rangini o‘zgartiradi. Tug‘ri tanlangan indikatorlar titrlash sakrama sohasidagi o‘z rangini o‘zgartiradi. Indikator to‘g‘ri tanlanmasa u holda (1.11-rasm) ekvivalent nuqtadan ancha oldin (to‘la titrlanmagan eritma yoki undan keyin (titrlash o‘tkazilib yuborilgan) o‘z rangini o‘zgartiradi.

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

### **Titrlash xatosi.**

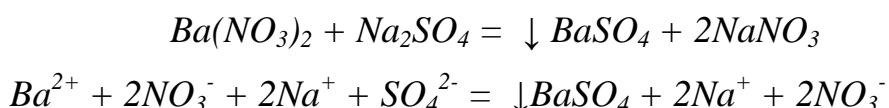
Middalarni titrlashda ishlatilayotgan indikatorning ekvivalent pT va pH qiymatini to‘g‘ri kelmasligi natijasida titrlash xatosi sodir bo‘lishi mumkin. Kuchli kislotani kuchli asos bilan yoki aksincha titrlashda vodorodli yoki gidrooksidli xato bo‘lishi mumkin. Vodorod yoki T – xatolik, agar  $pT < 7$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

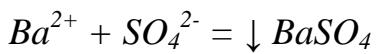
### **Nazorat savollari:**

1. Kislotali asosli titrlash nimaga asoslangan?
2. Titrlash egri chiziqlarni tuzishda nimani qiymati hisobga olinadi?
3. Ekvivalent nuqta, neytrallanish nuqtasi ded nimaga aytildi?
4. Titrlash xatosi nima natijasida sodir bo‘lishi mumkin?

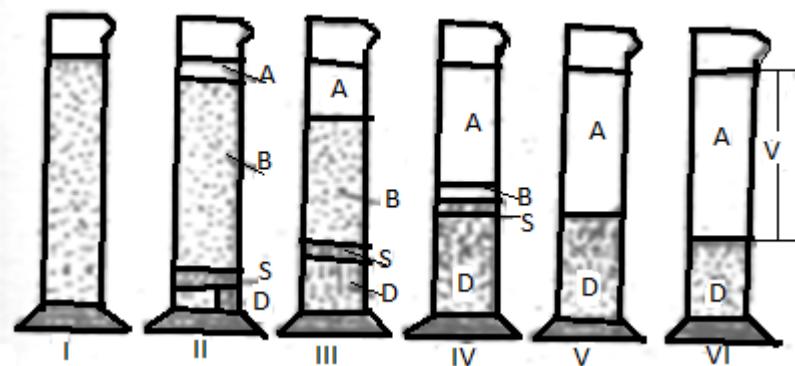
### **1.12. CHO‘KTIRISH – KIMYOVİY ANALİZ USULI**

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





Moddaningxossasi va cho'ktirish sharoiti (harorat, konsentrasiya, pH muhit va boshqalar) ga qarab cho'kmalar har xil ko'rinishda bo'ladi: pag'a-pag'a AI(OH)<sub>3</sub>, iviq (H<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>), donador (PbSO<sub>4</sub>), kristall (BaSO<sub>4</sub>), suzmasimon (AgCl) va boshqalar.



**1.12-rasm.** Cho'kish tezligini aniqlash.

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

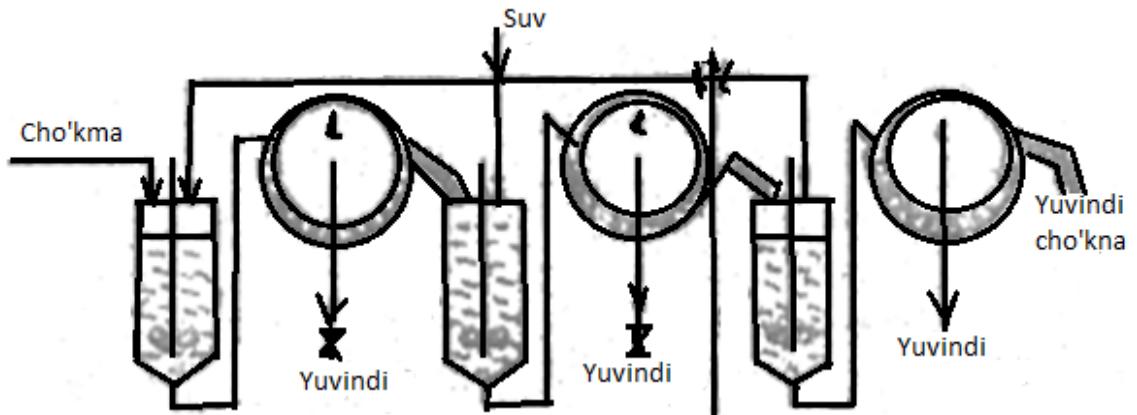
Labaratoriyalarda, cho'kish tezligini tajriba yo'li bilan aniqlash uchun tekshirilayotgan bo'tananing namunasi silindrغا joylashtirilib (1.12-rasm), ma'lum vaqt davomida tekshiriladi. Silindrغا millimetrlarga bo'lingan qog'oz yopishtirilgan bo'ladi.

Birinchi silindrda (1) dastlabki bo'tana ko'rsatilgan. Ma'lum vaqtadan so'ng silindrning balandligi bo'yicha bo'tana qatlamlarga ajraladi: A-tiniq suyuqlik; B-cho'kayotgan qatlam; S-oraliq qatlam; D-zichlashayotgan qatlam (II va III silindrler). Keyin (III va IV silindrler) A va D qatlamlar qalinlashib boradi. B qatlam esa ozayadi. Tindirish davom ettirilsa (V silindr) B va C qatlam yo'qolib, A qatlam va D qatlam bir-biri bilan uchrashadi. Bu vaqtida cho'kish jarayoni sekinlashadi. VI silindrda uzoq vaqt davomida cho'kma zichlashib, uning hajmi (V) ozayganligi ko'rsatilgan. Demak cho'ktirish jarayoni A va D qatlamlari uchrashgan vaqtgacha davom ettiriladi. Bu vaqt kritik nuqta deb ataladi.

Suyultirish usuli bilan olib boriladigan yuvish jarayoni ham davriy va uzlusiz

maromda o'tkazilishi mumkin.

Yuvish uzlucksiz maromda olib borilishi 1.13-rasmida ko'rsatilgan.

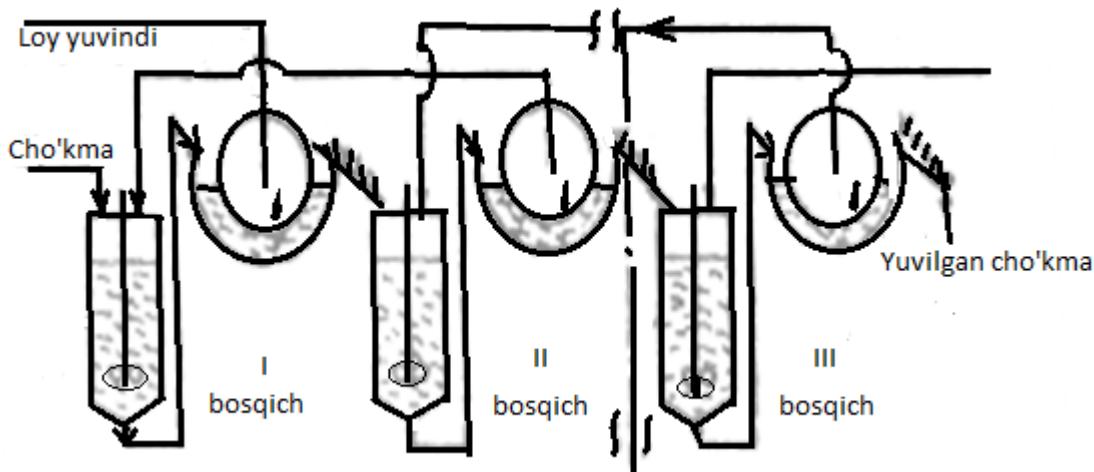


**1.13-rasm.** Ko'p bosqichli ketma-ket yuvish sxemasi.

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

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

Agar cho'kmani yuvishdan maqsad-metall ajratib olish darajasini oshirishga qaratilgan bo'lsa, u holda yuvindining miqdorini kamaytirib, undagi metall konsentrasiyasini oshirishga harakat qilinadi. Buning uchun qarama-qarshi oqimli yuvish sxemasidan foydalilaniladi (1.14-rasm).

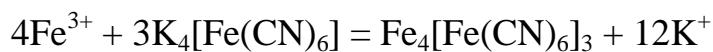


**1.14-rasm.** Qarshi oqimli yuvish sxemasi: 1-baraban suzgich; 2-repulpator.

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

Cho‘ktirish usulidan kimyoviy analizda quyidagi maqsadlarda:

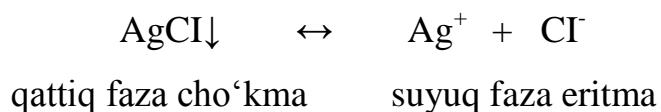
1) tekshiriladigan eritmadan to‘g‘ridan to‘g‘ri ayrim ionlarni ochishda, Masalan:  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Cl}^-$  ionlari aralashmasiga  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ta’sir ettirilganda, o‘ziga hos berlin lazuri cho‘kmasini hosil bo‘lishi va hokazo;



- 2) kation va anionlarni ajratishda; halaqit beradigan ionlarni yo‘qotishda;
- 3) aralashmadan ayrim ionlarni ajratib koncentrleshda;
- 4) aralashmadan ayrim komponentlar miqdorini aniqlashda (tortma analiz) foydalilaniladi.

## **Eruvchanlik ko‘paytmasi**

Tabiatda mutloq erimaydigan modda bo‘lmaydi. Cho‘kma hosil bo‘lishi bilan qayta erish jarayoni boradi. Cho‘kma va to‘yingan eritma har xil faza, ya’ni geterogen sistemadan iborat. Geterogen sistemaning bir-biridan chegara sirtlar bilan ajraladigan ayrim qismlari (cho‘kma va to‘yingan eritma), faza deb ataladi. Agar qiyin eriydigan tuzni Masalan: AgCl olib distillangan suv qo‘sksak, cho‘kmani hosil qilgan  $\text{Ag}^+$  va  $\text{Cl}^-$  ionlari yaqin turgan suv dipollari tomonidan tortiladi va ajralib ionlar gidrati holida eritmaga o‘ta boshlaydi. Erish jarayoniga teskari  $\text{Ag}^+$  va  $\text{Cl}^-$  ionlari eritmada to‘qnashib AgCl molekulalarini hosil qiladi va cho‘kmada ikkita bir biriga qarama-qarshi jarayon sodir bo‘lib, ma’lum vaqt dan keyin dinamik muvozanatga olib keladi. Cho‘kma bilan dinamik muvozanatda bo‘lgan eritmaga to‘yingan eritma deyiladi.



Massalar ta’siri qonuniga muvofiq:

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

$[\text{Ag}^+]$  va  $[\text{Cl}^-]$  – muvozanatdagi kumush va xlor ionlarining konsentrasiyasi

$[\text{AgCl}]$  – qattiq fazadagi moddaning konsentrasiyasi

Geterogen sistemada erigan va qattiq modda zarrachalarining to‘qnashishi fazalar sirtida bo‘lib, qattiq modda miqdoriga bog‘liq bo‘lmaydi va uning konsentrasiyasi doimiy qolib reaksiya tezligiga ta’sir qilmaydi.

Qiyin eruvchan elektrolitning to‘yingan eritmasidagi ionlar konsentrasiyalarining ko‘paytmasi o‘zgarmas haroratda o‘zgarmas miqdordir. Bu miqdor eruvchanlik ko‘paytmasi deb ataladi (EK).

Yuqoridagi misol uchun  $EK_{\text{AgCl}} = [\text{Ag}^+][\text{Cl}^-]$ . Umumiy holda  $MmAn$  ko‘rinishdagi elektrolit uchun eruvchanlik ko‘paytmasining ifodasi:

$$E\hat{E}_{MmAn} = [M^{n+}]^m [A^{m-}]^n$$

To‘yingan eritmada ionlararo ta’sir kuchni hisobga olish, uchun ionlar konsentrasiyasini ularning aktivligiga almashtirishga to‘g‘ri keladi. Ionlar aktivligining qiymati dissosilanish jarayonida ishtirok etayotgan ionlar soniga teng miqdor darajaga ko‘tarilib eruvchanlik ko‘paytmasi ifodasiga kiradi.

$$E\hat{E}_{MnAn} = a_{M^{n+}}^m * a_{A^{m-}}^n$$

Ionlar aktivligi ularning konsentrasiyalari bilan aktivlik koeffisiyentlari ko‘paytmasiga teng bo‘lgani uchun eruvchanlik ko‘paytmasini shunday yozish mumkin.

$$E\hat{E}_{MnAn} = [M^{n+}]^m [A^{m-}]^n * f_{M^{n+}}^m * f_{A^{m-}}^n$$

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

$$E\hat{E}_{MnAn} = [M^{n+}]^m [A^{m-}]^n$$

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

Qiyin eruvchan birikmalarining eruvchanlik ko‘paytmasi qiymati ma’lumotnomalarda keltirilgan bo‘ladi.

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

Masalan:  $\text{CaCO}_3$  ning eruvchanligi 0,0069 g/l. Eruvchanlik ko‘paytmasi hisoblansin.

Yechish: Eruvchanlikni mollarda ifodalaymiz:  $M_{CaCO_3} = 100,69$

$$E_{CaCO_3} = \frac{6,9 \cdot 10^{-3}}{100,69} = 6,85 \cdot 10^{-5} \text{ mol/l}$$

Har bir  $CaCO_3$  molekulasi eritilganda bittadan  $Ca^{2+}$  va  $CO_3^{2-}$  ioni hosil bo‘lgani uchun  $Ca^{2+} = CO_3^{2-} = 6,85 \cdot 10^{-5}$  mol/l.

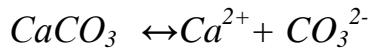
Demak,

$$EE_{CaCO_3} = [Ca^{2+}][CO_3^{2-}] = 6,9 \cdot 10^{-5} \cdot 6,9 \cdot 10^{-5} = 4,7 \cdot 10^{-9}$$

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

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

Masalan:  $CaCO_3$  suvdagi eruvchanligini g/l hisob-lang. Eruvchanlik ko‘paytmasining qiymati 2 jadvaldan olinadi.



$$[Ca^{2+}] = [CO_3^{2-}] = X$$

$$EE_{CaCO_3} = [Ca^{2+}][CO_3^{2-}] = X \cdot X = X^2$$

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

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

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

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

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

### **Cho‘kmalarning hosil bo‘lishi va ularga ta’sir qiluvchi omillar**

Agar qiyin eruvchan elektrolitning ionlarkonsentrasiyasining ko‘paytmasi uning eruvchanlik ko‘paytmasidan kam bo‘lsa, eritma to‘yinmagandir. EK - qoidasiga

muvofiq berilgan, qiyin eriydigan elektrolit ionlari (aktivliklarining) konsentrasiyalarining ko‘paytmasi berilgan haroratda eruvchanlik ko‘paytmasiga teng bo‘lgan vaqtdagina eritma shu elektrolitga nisbatan to‘yingan bo‘ladi, ya’ni

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

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

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

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

Cho‘kishga ta’sir qiluvchi omillar:

1. Eritma konsentrasiyasining ta’siri

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

3. Bir ismli ionning ta’siri. To‘yinmagan elektrolit eritmasiga bir ismli ioni bo‘lgan elektrolit qo‘shib, to‘yingan va o‘ta to‘yingan eritma hosil qilish mumkin. Haqiqatan agar AgCl ning to‘yingan eritmasiga oz-ozdan HCl yoki KCl qo‘shsak, dastlab AgCl ning EK qiymati (ya’ni  $25^\circ\text{C}$  da  $1,78 \cdot 10^{-10}$ ) dan kam bo‘lgan ionlar ko‘paytmasi asta-sekin unga tenglashadi va nihoyat, undan ortib ketadi. Shunga muvofiq to‘yingan eritmaga va bundan keyin esa o‘ta to‘ingan eritmaga aylanadi.

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

4. Tuz effekti. Tajriba natijalari shuni ko‘satadiki, bir ismli ionga ega bo‘lmagan tuzlar ham elektrolitlarning eruvchanligiga ta’sir etadi. Ammo bunday hollarda, odatda eruvchanlik ortadi. Bu hodisa “tuz effekti” deb ataladi. Masalan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  va  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  shunga o‘xshash tuzlar qo‘shilganda AgCl ning eruvchanligi ortadi. Qo‘shilayotgan tuzlarning konsentrasiyasi qancha yuqori bo‘lsa, erish shuncha ko‘p bo‘ladi.

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

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

### **Nazorat savollari:**

- 1.Nima uchun cho‘ktirish kimyoviy analiz usullaridan biri bo‘lib hisoblanadi.
- 2.Ervchanlik ko‘paytmasi nima?
- 3.Ervchanlik ko‘paytmasiga qanday omillar ta’sir qiladi?
- 4.Ervchanlikka qanday omillar ta’sirqiladi?
- 5.Cho‘kmalarni hosil bo‘lish shartlari.

## **1.13.TAHLILGA YO‘L QO‘YILADIGAN XATOLIKLAR SISTEMATIK VA TASODIFIY XATOLIKLAR**

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

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

O‘lchamdagи natijanihaqiqiy qiymatdan chetlanishiga aniqlash xatoligi deyiladi.

Tahlil xatoning tengligi quyidagicha :

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

unda :  $\Delta x_i$  - o‘lchashdagi mutloq xato;

$x_i$  - tahlil natijasi;

$\mu$  - tahlillanuvchi namunadagi komponentni haqiqiy miqdori.

Ulchashdagi mutloq xatolikni haqiqiy kattalikka nisbatiga nisbiy xatolik deyiladi.

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

lanish mumkin :

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

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

O'lchamdag'i xatolik tahlil takroran bajarilganda o'zgarmay qolsa yoki ma'lum qonuniyat bo'yicha o'zgarsa, unga sistematik xatolik deyiladi.

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

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

Bir qator o'lchamlar vaqtida tasodifiy xatolik belgisi doimiy bo'lib qolmay, tajribadan tajribaga o'tishda o'zgarib turadi.

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

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

**Sistematik xatolar** deb, kattaligi doimiy bo'lgan yoki ma'lum qonun bo'yicha o'zgaradiganxatolarga aytildi. Sistematik xatolarni oldindan nazarda tutish va ularni yo'qotish, yoki tegishli tuzatishlar kiritish mumkin. Sistematik xatolarni quyidagi turlari mavjud.

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

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

v) individual xatolar. Bu xatolar analitikning shahsiy xususiyatlariga bog‘liq bo‘lgan xatolar. Masalan: eritma rangining o‘zgarish paytini aniq sezalmasligi, tarozi yoki byuretka shkalasidan to‘g‘ri raqamni bilib olmasligi va hokazo.

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

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

Metodni xatosi tahlil qilinuvchi sistemani xossasiga bog‘liqdir, shuningdek, eruvchanlik kabi cho‘kish vaqtida cho‘kmada yoki yuvishda, reaksiyani to‘liq yo‘nalmasligi fotometrik eritmalarinio‘tishi vaqtiga qarab o‘zgarish beqarorligi va hakozolarga bog‘liq bo‘ladi. Uslubni xatolari ko‘pincha aniqlanmay qoladi. Shuningdek, operativ va shaxsiy xatolik ham sezilarli ahamiyatiga ega bo‘ladi, yani tahlildavrida operasiya bajarilishining eng muxim analistik saviyasi uning mahoratiga va vaqtida rangli indikator bo‘yog‘ining o‘zgarishini aniq farqiga borilmasa, u har doim eritma titrlashni o‘tkazib yuboradi. Sistematik xatolikni aniqlay bilish va uni yo‘qotish davrida imkoniyati boricha yuzaga keladigan barcha nuqsonlarni oldini olishga asoslangan bo‘ladi.

Xatolikning oldini olishning ham ahamiyatli ekanini ko‘rib o‘tish kerak. Ular

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

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

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

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

Turli qora va rangli metall qotishma turlari uchun ishonchli etalonlar bor.

Ma'dan, mineral, tog' jinslari va hakozolar uchun standart etalon tarkibi bu materiallarning harxil bo'lishi bilan bog'likdir.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

### **Nazorat savollari:**

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

### **1 bobga doir umumiyy nazorat savollari:**

1. Tahlilning fizika–kimyoviyusullari fanining vazifasi nimadan iborat?
2. Tahlilning fizika–kimyoviyusullari fani qaysi fanning bosqichi hisoblanadi?
3. Tahlilning aniqligi nimaning miqdoriga bog‘liq?
4. Fanning maqsadi nimadan iborat?
5. Tahlilni bajarish bosqichlari necha xil bo‘ladi?
6. Namunani o‘rtacha holga keltirishdan maqsad nima?
7. Parchalash qaysi usul orqali olib boriladi?
8. Analitik signal jadalligi formulasini yozing.
9. Analitik reaksiyalar qaysi masalalarni yechishni o‘z ichiga oladi?
10. Tahlilda qo‘llaniladigan reaksiyalarni necha guruhlarga bo‘lish mumkin?
11. Qaytar va qaytmas reaksiyalar deb nimaga aytildi?
12. Kimyoviy reaksiyalarning tezligi qachon o‘zgaradi?
13. Sifat tahlilning asoschilarini kimlar?
14. Sifat tahlil nimalarni yechishni o‘z ichiga oladi?
15. Sifat tahlilning fizikaviy usullariga nimalar kiradi?
16. Sifat tahlilning kimyoviy usullari deb nimaga aytildi?
17. Kasrli tahlil deganda niman tushunasiz?
18. Ionlarni aniqlashda niman hisobga olish kerak?
19. Ionlarni guruhlarga ajratish ketma-ketligini aytинг.
20. Ionlarni niqoblash deb nimaga aytildi?
21. Gravimetrik va tlektrogravimetrik tahlillar nimanani aniqlashga asoslangan?
22. Gravimetrik tahlil necha turga bo‘linadi?

- 23.O‘ta kuchlanish deb nimaga aytiladi?
- 24.Ajralishdagi kuchlanish deb nimaga aytiladi?
- 25.Hajmiy tahlil mohiyati nimadan iborat?
- 26.Titr va titrlashning farqini ayting?
- 27.Ekvivalent nuqta qanaqa qilib aniqlanadi?
- 28.Teskari titrlashda qaysi reaksiyalarda ishlatiladi?
29. Hajmiy tahlil usullarining klassifikatsiyasi ayting?
30. Titrametrik analizdagi qanday xatoliklarga yo‘l qo‘yiladi?
- 31.Yodometriya usuli nimani aniqlaydi?
- 32.Yodometriya usulida indikator sifatida nima ishlatiladi?
33. Permangonometriya usuli nimani aniqlaydi?
34. Permangonometriya usulida indikator sifatida nima ishlatiladi?
- 35.Kislotali asosli titrlash nimaga asoslangan?
- 36.Titrlash egri chiziqlarni tuzishda nimani qiymati hisobga olinadi?
- 37.Ekvivalent nuqta, neytrallanish nuqtasi ded nimaga aytiladi?
- 38.Titrlash xatosi nima natijasida sodir bo‘lishi mumkin?
39. Nima uchun cho‘ktirish kimyoviy analiz usullaridan biri bo‘lib hisoblanadi.
40. Eruvchanlik ko‘paytmasi nima?
41. Eruvchanlik ko‘paytmasiga qanday omillar ta’sir qiladi?
42. Eruvchanlikka qanday omillar ta’sirqiladi?
43. Cho‘kmalarni hosil bo‘lish shartlari.
44. Aniqlash xatoligi deb nimaga aytiladi?
45. Tahlil xatoning tengligi nimaga teng?
46. Sistematik xatolik deb nimaga aytiladi?
47. Tasodifiy xatolik qanaqa xodisa deb qaraladi?
48. To‘g‘ri o‘lchashdeb nimaga aytiladi?
49. Tahlilning kimyoviy usullariga nimalar kiradi?
50. Ishlab chiqarishda qaysi tahlil usullari qo’llaniladi?

## **2-BOB. TAHLILNING FIZIKA VA FIZIKA-KIMYOVİY USULLARI**

### **2.1. OPTIK TAHLIL USULLARI**

Spektral va boshqa optik tahlil usullari elektromagnit nurlanishning o'zaro ta'siridan kelib chiqadigan turli hodisalar va ta'sirlardan foydalanishga asoslangan.

Ushbu usullarning ba'zilari gazsimon holatdagi atomlar va ionlar (emissiya spektr analizi, olov emissiyasi spektroskopiyasi) to'lqinining uzunligi, zichligi va boshqa xususiyatlarini o'lchashga asoslangan. Boshqa bir bo'limi (absorbsiya spektroskopiyasi) radiatsiyaning qizg'inligini o'lchashda (fotokolometriya, spektrofotometriya, IQ - spektroskopiyasi, atom-absorbsiyon spektral tahlil, fotometrik titrash, turbidimetriya) yoki nefelometriya tahlil usulida sodir bo'ladi.

Ikkinci guruh usullari nisbatan oddiy bo'lib, tahlil qilish uchun ko'p vaqt talab qilmaydi va shuning uchun kimyoviy profilning sanoat va ilmiy-tadqiqot laboratoriyalarda va atrof-muhit monitoringi vositalarida keng tarqalgan bo'lib aniqlanishi kerak bo'lgan eng kam miqdorli komponentdan foydalilanadi. Noorganik va organik ob'ektlarni tahlil qilish bilan bog'liq nashrlarning 60% dan ortig'i ushbu usul guruhiga bag'ishlangan.

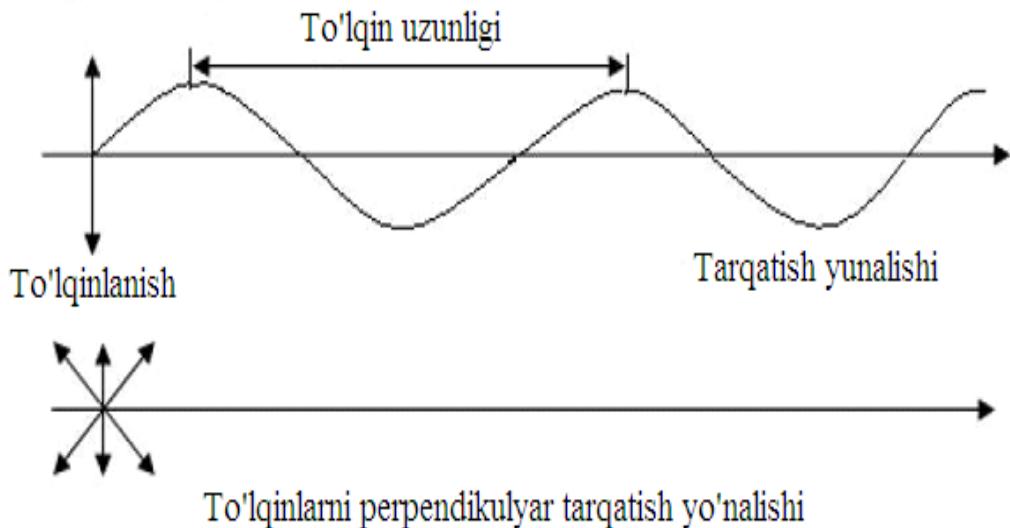
Absorbsion spektroskopiya usullari aniq va juda yuqori sezgirlikda (kam aniqlash chegarasi), boradi. Namunadagi murakkab komponentlarini kimyoviy aniqlashda qushimchalarini anqligi ( $10^{-6\%}$   $10^{-5\%}$ ) yuqori darajada aniqlanadi. Usullarning nisbiy xatosi 1-3% ni tashkil qiladi.

#### **Elektromagnit nurlanishning tabiatи va xususiyatlari**

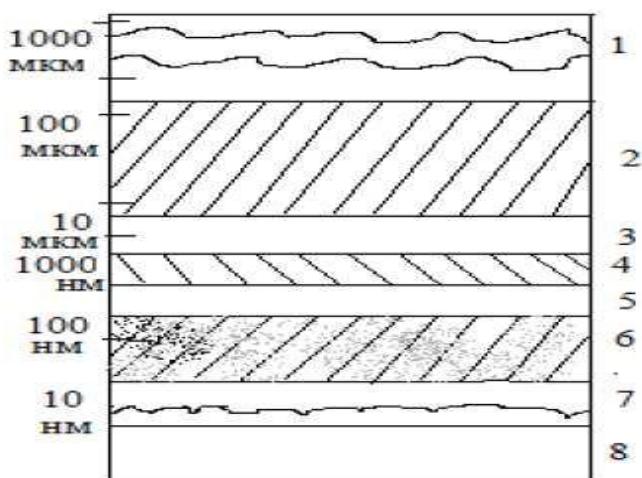
Atomlar va molekulalar cheklangan miqdordagi alohida yoki kvant energiya darajasiga ega. Agar sistemaga etarli darajada energiya berilgan bo'lsa, masalan, electronlarga ta'sir o'tkazish yoki elektromagnit nurlanishni singdirish orqali atomlar yoki molekulalar xarakatchan bo'ladi va yuqori energiya darajasiga ko'tariladi. Etarli darajada energiya berilganda atomlar yoki molekulalar xarakatchanligi qisqaroq ( $10^{-8\text{s}}$ ) bo'ladi, energiyaning past darajasiga qaytishi yoki energiyani ajralishini ko'zatish, issiqlik yoki elektromagnit nurlanish shaklida yoki ikkalasida ham birga energiyaning ajralishi ko'zatiladi.

Elektromagnit nurlanish - katta tezlik bilan tarqaladigan energiyaning bir

turidir. Elektromagnit nurlanishning o'tishi moddaning ta'sir etishi mumkin bo'lgan elektr va magnit tarkibiy qismlarida davriy o'zgarishiga bog'liq . To'lqinli va kelayotgan xarakat yig'indisi, elektromagnit nurlanishining to'lqinli xarakatini paydo qiladi (2.2-rasm).



**2.2-rasm** - Nurning to'lqinli harakatlanishi



**2.3-rasm.** Elektromagnit nurlanish spektri:

1 - mikroto'lqin; 2 – uzoqdagi infraqizil; 3 – yaqindagi infraqizil; 4 - ko'rinaligan; 5 - yaqindagi ultrabinafsha; 6 - uzoqdagi ultrabinafsha; 7 - rentgen nurlanishining maydoni; 8 - maydon radiatsiyasi .

Elektromagnit nurlanishning to'lqin uzunligi quyidagi qiymatlarda o'lchanadi:

$$1 \text{ mm / mikrometr} / = 10^{-6} \text{ m} = 10^{-4} \text{ sm}$$

$$1 \text{ nm / nanometr} = 10^{-9} \text{ m} = 10^{-7} \text{ sm}$$

$$1 \text{ A}^0 / \text{angstrom} = 10^{-10} \text{ m} = 10^{-6} \text{ sm}$$

Ko'rinuvchi yorug'lik - inson ko'zi sezadigan elektromagnit nurlanishdir. 2.3-rasmdan ko'rinib turibdiki, yorug'lik hududi elektromagnit nurlanish spektrining faqat (320-750 nm) kichik qismini tashkil etadi. Ultrabinafsha nurlanish maydoni 10 dan 380 nm gacha, infraqizil esa 0,75 dan 300 nm gacha maydonni egallaydi.

### **Nur yutish jarayoni**

Bir moddaning nurlanishi, uning energiyasi ma'lum bir moddaning molekulasida ma'lum bir energiya yoki ma'lum bir to'lqin uzunligi o'zgarishlarga sabab bo'ladi. Absorbsiyani molekula (elektron o'tish) atomlari atrofida aylanayotgan nur energiyasi, ikki yoki undan ortiq atom yadrosining (tebranishli o'tishi) o'zgarishi, shuningdek, dipolarning aylanishida (aylanma o'tish) o'zgarish bilan birga bo'lishi mumkin. Elektron o'tishni uyg'otish uchun tebranish va aylanish tizimlarini amalga oshirish uchun yuqori radiatsion quvvat talab qilinadi. Shuning uchun ultrabinafsha va paydo bo'ladigan nurlanishning absorbsiyasi elektron o'tishga, infraqizil nurlanishning titrashiga va aylanishiga sabab bo'ladi.

Agar modda eritmasi polixromatik yorug'lik bilan nurlansa (nurni keng to'lqinli to'lqin uzunligi bilan), faqat ma'lum bir to'lqin uzunligining nurlanishi so'rildi. Ko'rinib turgan hududda eritmaning rangi bu eritma tomonidan so'rilmaydigan radiatsiya to'lqin uzunligi bilan aniqlanadi .

**Ko'rindigan yorug'lik uzunligiga qarab quyidagi ranglarga bo'ladi**

Rang yutildi	To'lqin uzunligi, nm	Eritmaning kuzatiladigan rangi
Binafsha rang	380-450	Sariq yashil
Moviy	450-495	Sariq
Yashil rang	495-570	Binafsha rang
Sariq	570-590	Moviy
To'q rangli	590-620	Yashil ko'k
Qizil rangli	620-750	Moviy yashil rang

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

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

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

- absorbsion spektroskopiya moddalraning har biriga xos bo‘lgan yutish spektrlarini o‘rganishga asoslangan

- spektrofotometrik usul spektrning ultrabinafsha ko‘rinuvchi va infraqizil sohalarida muayyan to‘lqin uzunlikda yorug‘lik yutishini o‘lchashga asoslangan (2.4-rasm).

- fotokalorimetrik usul spektrning ko‘rinuvchi sohasida nur yutilishini yoki yutilish spektrini aniqlashga asoslangan.

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

- turbidimetriya rangsiz suspenziyaning qattiq zarrachalari tomonidan yutiluvchi nurning intensivligini o‘lchashga asoslangan.

- nefelometriya suspenziyaning qattiq zarrachalari tomonidan qaytarilgan yoki sochilgan nurning intensivligini o‘lchashga asoslangan.

- refraktometriya usuli sindirish koeffitsiyentini o‘lchashga asoslangan.



**2.4-rasm. Spektrofotometrik asbobi**

### **Nefelometrik va turbidimetrik usullari.**

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

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

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

Nur eritma orqali o‘tayotganda, eritmadi juda yirik zarrachalardan qaytadi.

Yoyilgan nurni intensivligi quyidagi formula orqali topiladi;

$$I_o = I_r + I_t$$

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

$I_t$  - turbidimetrik tahlilda o‘lchanadigan kuchsizlanib o‘tayotgan nur.

Nefelomatrik va turbidimetrik tahlilda quyidagi shartlarga amal qilish kerak.

1 . Ushbu tahlil turlari bilan tekshirish olib borilayotganda kuchlisuyuqlanadigan eritmalar bilan ishlashga to‘g‘ri keladi, ular hosil

qilgan cho'kmalarni to'g'ri va aniq tortishi.

2.Tenglikdan ko'rinish turibdiki, yutilayotgan va tarqalayotgan nurlarni qiymati eritmadi zarachalarni o'lchamiga bog'liq. Zarachali eritma, suspenziyani tahlil qilganda to'g'ri va aniq natijalar olish zarachali eritma suspenziya olish metodikasiga va ularni – optik xususiyatlariga bog'liq. Zarachalarni o'lchami va optik xususiyatlarga quyidagi omillar ta'sir qiladi:

- 1) cho'kma hosil ionlarni kohsentratsiyasiga;
- 2) aralashayotgan eritmalar kohsentratsiyalarini nisbatiga;
- 3) eritmalarни aralashtirish tartibiga;
- 4) aralashtirish qiladigan tezligiga;
- 5) maksimal loyqalik hosil qilish uchun ketadigan vaqtga;
- 6) sochilish (dispersiya) ni stabilligiga;
- 7) begona elektrolitlarni ishtirok etishiga;
- 8) noelektrolitlarni ishtirokiga;
- 9) temperaturaga;
- 10) himoyalovchi kolloidlarni borligiga.

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

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

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

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

Moddalarni nefelometrik va turbidimetrik usulda aniq tahlil qilishda

nefelometrlar va turbidiametrlardan foydalaniladi.

#### **Nazorat savollari:**

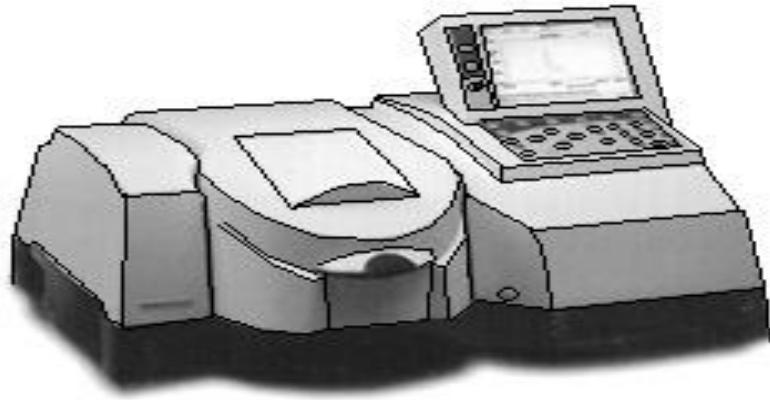
1. Optik tahlil usuli qaysi usulga kiradi?
2. Optik spektr necha asosiy oblastga bo‘linadi?
3. Ko‘rinadigan yorug’lik uzunligiga qarab qanaqa ranglarga bo‘ladi?
4. Optik xususiyatlarga qaysi omillar ta’sir qiladi?

## **2.2. FOTOMETRIK TAHLIL USULI VA TAHLILDAGI XATOLIKLAR**

Fotometrik tahlil tulqin uzunligi 180 dan 1100 nm gacha bo‘lgan oraliqdagi elektromagnit nurlanishnitanlab yutilishiga asoslangan. Usuljuda ham oddiy, tezkor, yuqori sezgirlikni o‘zichiga oladi, shuning uchun analitik labora-toriyalarda, amaliyotda juda keng foydalaniladi. Fotometrik tahlilda monoxromatik nurlanish ishlatsa, spektrofotometriya deyiladi. Bularda nurli parchalash uchun spektrda prizmalar, difraksion panjaralar va fotokolorimetrlardan (2.5-rasm) va fotoelektrokollarimetrlardan (2.6-rasm) foydalaniladi.



**2.5-rasm.** Fotokolorometr.



**2.6-rasm.** Fotoelektrokollorimetr.

Nurlanishni yutilishi asosiy qonunini Buger, Lambert va Berlar tomonidan kashf qilingan. Bu qonun eritmadagi yutilayotgan moddaning konsentratsiyasi, yutilish miqdori bilan bog'laydi. Ushbu birlashgan qonun quyidagi tenglik bilan ifodalanadi:

$$I_1 = I_0 \cdot 10^{-EIC}$$

bu yerda:  $I_1$  - 1 kalinlikdagi yutilayotgan moddani qatlami orqali o'tadigan nurli energiya oqimi;

$I_0$  - yutilayotgan moddani tushayotgan nurli energiya oqimi;

E - yutilishni molyar proporsionallik koeffisyenti;

C - konsentratsiya;

I - yutilayotgan moddaning qalinligi.

Konsentratsiya C mol/litr, qatlam qalinligi santimetrlarda belgilanishi shart.

Logarifmik kurinishda yuqoridagi tenglik quyidagicha bo'ladi.

$$A = \lg (I_0 / I_1) = \sum 1 \cdot C D$$

Fotometrik tahlilda eritmadagi moddalarning rangiga qarab u yoki bu elementning miqdorini kuzatish yoki fotoelementlar yordamida, ya'ni yorug'lik energiyasini elektr energayasiga aylantirish hisobiga aniqlanadi.

Fotometrik tahlil kolometrik va fotometrik usullarga bo'linadi. Fotometrik usulda moddalarning miqdorini tahlil qilish imkoniyatlari juda katta.

Bu usulda elementlar va moddalarni 20-50 % konsentratsiyali miqdordan tortib

$10^{-3}$  10-5 % konsentratsiyali miqdorgacha aniqlash mumkin.

Kolorometrik usulda fotoelementlar yordamida moddalarni va eritmalarini rangiga nisbatan konsentratsiyasini aniqlanadi.

Buger Lambert Bert qonuniga asosan:

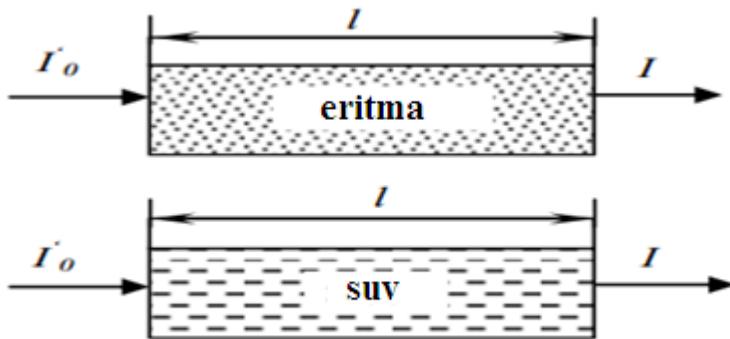
- 1) idishdagi eritmadan o'tgan yorug'lik nurining intensivligini, unga tushayotgan nurning intensivligiga nisbati yorug'lik o'tkazuvchanlik  $T$  deyiladi va quyidagicha ifodalanadi;
- 2) eritmaning optik zichligi eritma tartibidagi moddalarning kohsentratsiyasiga uzviy bog'lik.

Fotometrik bevosita va bilvosita (fotometrik titrlash) usullariga bo'linadi. To'g'ri chiziqlar ichida aniqlangan ion yengil changni yutish (odatda murakkab) birikmalarga o'tkaziladi va keyin eritmadagi ion miqdori o'lchagan nuring yemirilishi bilan aniqlanadi. Bilvosita usul sifatida fotometriya titrlash jarayonida ekvivalent momentni ko'rsatish uchun ishlataladi, bu vaqtda titrlash eritmasi rang komplekslarini yo'q qilish yoki shakllantirish tufayli yorug'lik yemirilishini o'zgartiradi.

Uskunaning solishtirma og'irligi, yuqori sezuvchanlik, yuqori konsentratsiyada (20-30%) va mikrokollemaning ( $10^{-3}$ - $10^{-4}\%$ ) deyarli barcha elementlarini aniqlash uchun foydalanish imkoniyatini beradi.

Fotometrik tadqiqotlar umumiyligi sxemasi quyidagicha: monokromatizatsiyalanmagan yoki monokromatizatsiyalangan (ya'ni bir to'lqin uzunligi bilan) nurlanish kuketka qo'yilgan namuna (ya'ni parallel devorlarga ega bo'lgan kvarts shishasimon chashka va ular orasidagi aniq belgilangan masofa) intsident nurining assimilyatsiya qilinadigan ma'lum bir qalinligi.

Rangli eritma (1) orqali o'tadigan yorug'likning intensivligi rangli eritma tomonidan yutilgan yorug'lik miqdori bo'yicha  $I_0$  eritgich orqali o'tadigan yorug'lik jadaligidan farq qiladi (2.7-rasm).



**2.7-rasm.** Rangli eritma va (suv) orqali yorug'lik nurini o'tish sxemasi.

### Moddalarni fotometrik aniqlash usullari

Modda kohsentratsiyasini aniqlash uchun tekshiriluvchi eritmadan ozroq olib, undan fotometrlash uchun rangli eritma tayyorlanadi va uning optik zichligi o'lchanadi. So'ngra shunga o'xshash yo'l bilan aniqlanuvchi moddaning ma'lum kohsentratsiyali rangli uch-to'rtga standart eritmasi tayyorlanadi va kyuvetalarning o'zida ularning optik zichligi o'lchanadi. Taqqoslovchi eritmalar optik zichliklarining qiymatlari aniqlanuvchi eritma uchun  $A_x = \mathcal{E}_x - S_x - I_x$  standart eritma uchun  $A_{st} = \mathcal{E}_{st} \cdot I_{st}$  bo'ladi. Tenglamalarning birini ikkinchisiga bo'lsak,

$$A_x / A_{st} = \mathcal{E}_x - S_x \cdot I_x / \mathcal{E}_{st} S_{st} \cdot I_{st}$$

ni olamiz.

$$I_x = I_{st} \text{ va } I_{st} = \text{const bo'lgani sababli}$$

$$C_x = A_x / A_{st}$$

Taqqoslash usulidan bir marotaba aniqlashlardagina foydalanish mumkin. U nur yutilishining asosiy qonuniga rioya qilishni talabetadi.

*Darajalash grafik usuli.* Optik zichlik kohsentratsiya koordinatlaridagi grafik to'g'ri chiziqli bo'dishi va to'g'ri chiziq kordinata boshidan utishi kerak. Odatta daraja-

lash grafigi kamida 3 ta nuqta bo'yicha to'ziladi, bu tekshirishning ishonchini aniq bo'lishini ta'minlaydi. Darajalash grafigi usulida modda miqdorini aniqlash 5-8 xil turli kohsentratsiyali standart eritmalar seriyasi tayyorlanadi. Standart eritmalar kohsentratsiyalari oralig'ini tanlashda shunga e'tibor berish kerakki tayyorlanadigan

eritma tekshiriluvchi eritma kohsentratsiyalarining ihtimoliy o‘rganish sohalarini qamrab oladigan bo‘lishi va tekshirilayotgan eritmaning optik zichligim darajalash egri chizig‘ining o‘rtalariga mos kelishi maqsadga muvofiqdir.

*Qo‘sish usuli.* Qo‘sish usuli taqqoslash usulining bir turidir. Eritma kohsentratsiyasini bu usulda aniqlash tekshirilayotgan eritma bilan shu eritmaga aniqlanuvchi moddadan ma’lum miqdorda qo‘shilgan eritmaning optik zichliklarini taqqoslashga asoslangan.

Usulning mohiyati qo‘yidagidan iborat: avval tarkibida aniqlanuvchi komponent bor noma’lumkohsentratsiyali  $S_x$  aniqlanuvchi tekshirilayotgan eritmaning optik zichligi  $A_x$  da aniqlanadi, so‘ngra eritmaga aniqlanayotgan komponentdan ma’lum miqdorda  $S_{st}$  qo‘shiladi va optik zichlik  $A_x+st$  yana o‘lchanadi.

Begona aralashmalarning halaqit beruvchi ta’sirini yo‘qotish bir qator hollarda fotometrik aniqlash usulining to‘g‘riligini baholash uchun foydalaniladi. Bu usul rangli tekshiriluvchi va standart qo‘shilgan eritmalarini fotometrlashda bir xil sharoitlar yaratiish imkoniyatini beradi. Shuning uchun bu usuldan tug‘ri elementlarning kam miqdorini begona moddalarning katta miqdorlari ishtirokida aniqlash, tuz eritmalarining tahlil qilishda foydalanish mumkin.

*Differinsial fotometrik usuli*-to‘q rangli eritmalarini fotometrlashni diffirinsial fotometriya usulida muvoffaqiyat bilan amalga oshirish mumkin. Usulning mohiyati rangli tekshiriluvchi va standart eritmalarining optik zichliklari yutishi nolga teng bo‘lgan toza erituvchinikiga nisbatan emas, balki elementning kohsentratsiyasi tekshirilayot-gan etirmaniqiga yaqin bo‘lgan rangli eritmasiga nisbatan o‘lchanadi.

*Ekstraksion fotometrik usullari-tahlilda* keng foydalaniladi. Bunda ekstrakdag‘i tekshiriluvchi komponentni fotometrik usulda ham, boshqa har xil usullarda ham aniqlash mumkin. Bu usulning ba’zi bir guruhlaridan tekshirishning fotometrik usullarida yakunlash juda samarali bo‘ladi va tekshirishning zaruriy tezligi hamda aniqligini ta’minlaydi. Ular ekstraksion fotometrik usullar deb ataladi. Ekstrak-

Sion fotometrik usullarda metallarni aniqlash uchun turli xil ekstraksion sistemalardan foydalaniladi. Ular aniqlanuvchi komponentning kimyoviy tabiatiga, erigan moddalar tarkibiga va ekstraksiyalash sharoitiga bog‘liq ravishda tanlanadi.

**Fotometrik tahlildagi xatoliklar**-modda va eritmalarini murakkab ranglarini bir-birlarini qo'shilib ketishidan hisob-kitoblar noto'g'ri chiqishi mumkin, ko'pgina rangli birikmalar kohsentratsiyasi vodorod ionini sezuvchan, shuning uchun ularning molyar kohsentratsiyasini o'zgaradi va kompleks hosil qilish jarayoni juda ko'p hollarda fotometriyaning asosiy qonunidan chetga chiqishga olib keladi.

Eritmalar konsentratsiyasini fotometrik aniqlash usullari standart va tekshirilayotgan eritmalarining yorug'likni yutishi yoki o'tkazib yuborishini taqqoslashga asoslangan. Tekshirilayotgan eritma yorug'likning yutilish darajasi fotokolorometrlar va spektrofotometrlar yordamida aniqlanadi. Standart va tekshirilayotgan rangli eritmalarining optik zichligini o'lhash doimo taqqoslash eritmasiga nisbatan olib boriladi. Taqqoslash eritmasi (nol eritma) sifatida tarkibida aniqlanuvchi ion bilan rangli birikma hosil qiluvchi reagentdan tashqari barcha komponentlar bo'ladigan tekshiriluvchi eritmaning bir qismida foydalanish mumkin.

Agar qo'shiluvchi reagent va taqqoslash eritmasining barcha boshqa komponentlari ham rangsiz bo'lsa va spektrning ko'rinvchi qismidagi nurlari yutmasa, taqqoslash eritmasi sifatida distillangan suvdan foydalanish mumkin.

### **Nazorat savollari:**

1. Fotometrik tahlil usuli nimani aniqlashga asoslangan?
2. Moddalarni fotometrik aniqlash usullari necha xil bo'ladi?
3. Qo'shish usuli qaysi usulning turiga kiradi?
4. Fotometrik tahlildagi xatoliklari qaysi holatda uchraydi?

### **2.3.**

## **2.4. FOTOMETRIK O'LHASH TEXNIKASI VA ASBOBLARI**

Fotometrik o'lhash texnikasi va asboblariga o'uyidagilar kiradi:

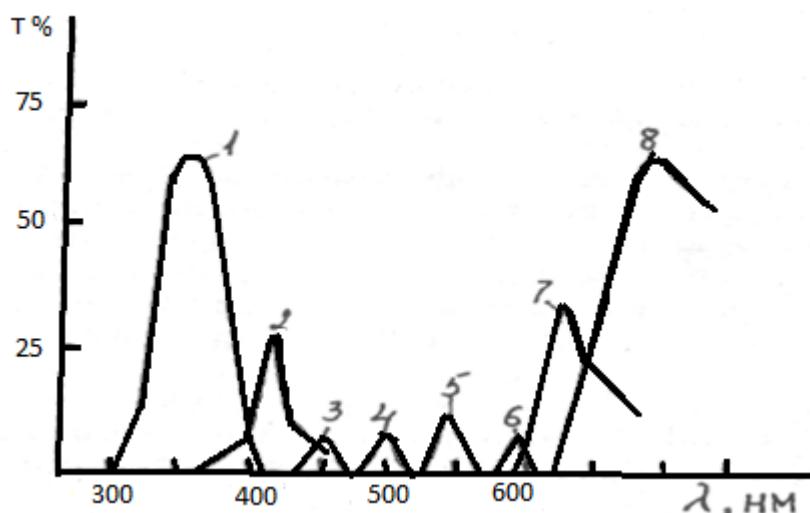
- 1) fotokolorimetrlar;
- 2) fotoelementlar;
- 3) yorug'lik filtrlari;
- 4) kyuvetlar.

**Fotokolorimetrik tahlil usuli.** Eritma tarkibini optik zichligini va nur yutilish birligini aniqlash uchun qo'yidagi fotokolorimetri asbob uskunalari ishlatiladi yani

(bir yo'nalishli nur yutish) KFO,KFK-2, KFK-2MP, KFK-3MP, (ikki yo'nalishli nur yutish) FEK-M, FEK-56, FEK-57n, FEK-60 tipdagi fotoelektrometrarda 315-630 nm oralig'ida yorug'likni o'tkazish yoki optik zichligini o'lchashga va eritmadagi modda kohsentratsiyasini fotometrik usul-larda aniqlashga mo'ljallangan. Bu asboblar emulsiyalar, suspenziyalar va kolloid eritmalarining o'tuvchi yorug'likning tarqatish intensivligini nisbiy o'lchash imkonini ham beradi.

Barcha fotometrik asboblarda nuring 100% dan 5% gacha o'tkazilishini ( $A=0-1.3$ ) o'lchash mumkin, o'lchash shkalasining 5 dan 0.11% gacha ( $A=1.3-3$ ) bo'lgan qismi taxminiy aniqlash uchun xizmat qiladi. Yorug'lik o'tkazishni o'lchashdagi asbobning mutloq xatoligi  $T=1\%$  dan oshmaydi.

FEK-56 asboblarda yorug'lik manbai sifatida cho'g'lanish lampasi pH-35 (8V-35Vt) va quvvati 120 Vt li o'ta yuqori bosimli simob-kvars lampasi DRK-120 dan foydalilaniladi, ular 315-630 nm oralig'ida ishlashga imkon beradi. Barcha asboblar tor polosali yorug'lik filtrlari bilan ta'minlangan, bu filtrlarning spektral tavsifi 2.8-rasmda keltirilgan.



**2.8-rasm.** Yorug'lik filtrlarining spektral tavsifi:

- 1-360 nm da maksimum;
- 2-415 nm da maksimum;
- 3-455 nm da maksimum;
- 4-500 nm da maksimum;
- 5-540 nm da maksimum;

6-580 nm da maksimum;

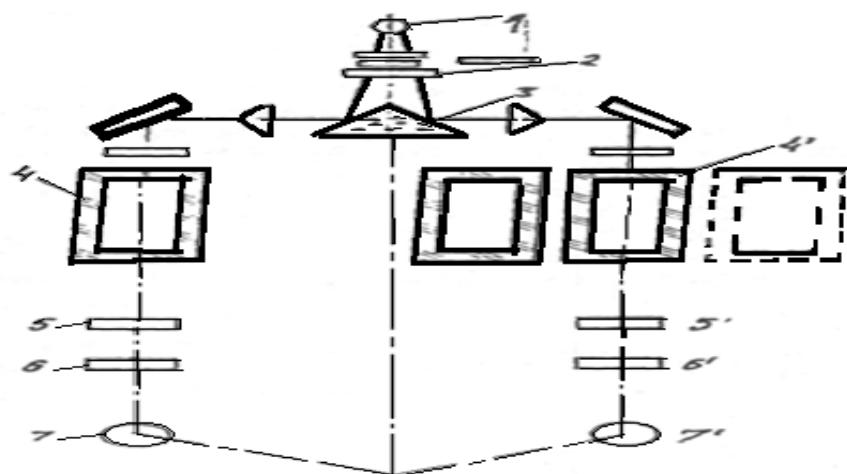
7-610 nm da maksimum;

8-660 nm da maksimum;

Yorug'lik manbai 1 dan chiqqan yorug'lik oqimi yorug'lik oqimi yorug'lik filtrlari 2 dan o'tib, prizma 3 ga tushadi. Unda oqim ikkita chap va o'ng tarmoqqa bo'linadi. So'ngra paralel oqimlar kyuvetlar 4-4<sup>1</sup>, diafragmalar 5-6<sup>1</sup> dan o'tib, diferensial sxema bo'yicha doimiy tok kuchaytirgichi orqali mikroampermetrga ulangan fotoelement 7 ga tushadi.

Undagi yorug'lik oqimi ketma-ket erituvchi (yoki taqqoslash eritmasi) solingan kyuveta 4 ni yoki tekshiriluvchi eritmali kyuveta 4<sup>1</sup> ni kiritish mumkin.

KFK, FEK-56 va FEK-57n turidagi fotokolorometrlarning optik sxemasi 2.9-rasmida keltirilgan.



**2.9-rasm.** FEK-56M ning optik sxemasi

Yorug'likning o'ng oqimida joylashgan surilma diafragma 5 bilan fotoelementga tushuvchi yorug'lik oqimini qiymatini o'zgartiradi.

Har qanday modda eritmasidan nur o'tkazilganda uning yutilishi natijasida o'tgan nuring intensivligi kamayadi. Nur yutuvchi moddaning konsentratsiyasi qancha katta bo'lsa, intensivlik shuncha kamayadi.

Nur yutuvchi moddaning qatlamanidan o'tgan yorug'lik intensivligining kamayishi bilan modda konsentratsiyasi va qatlamaning qalinligi orasidagi bog'liqlikni Buger-Lambert-Ber qonuni ifodalaydi. Nuring aks etishi va tarqalishi hisobiga isrof bo'lishini e'tiborga olish uchun tekshiriluvchi eritma va toza

erituvchidan o‘tgan yorug‘lik intensivligi taqqoslanadi. Bu qonunning tenglamasi quyidagicha:

$$\lg I_0/I = -\varepsilon \cdot c \cdot l \quad \text{yoki} \quad \lg I_0/I = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

bu yerda  $\lg I_0/I$  – eritmaning optik zichligi;  $\varepsilon$  – yorug‘likning molyar yutilish koeffitsiyenti;  $c$  – tekshirilayotgan eritmaning molyar konsentratsiyasi;  $l$  – eritma qatlamining qalinligi, sm.

Eritmaning optik zichligi  $A$  harfi bilan belgilanadi. Eritma qatlamining qalinligi 1 sm, konsentratsiyasi 1 mol/l bo‘lganda molyar yutilish koeffitsiyenti eritmaning optik zichligiga teng, ya’ni  $A = \varepsilon$  bo‘ladi.

Eritmaning optik zichligini aniqlash fotoelektrokolorimetrlar yordamida amalga oshiriladi. Undagi fotoelementning yoritilishi natijasida zanjirda hosil bo‘lgan tokni galvanometr bilan o‘lhash natijasida rangli eritmadan o‘tgan nur intensivligi haqida xulosa chiqariladi.

Fotoelektrokolorimetrda aniq natija olish uchun rangli eritmaga yutilayotgan nurning eng katta qiymatini olish maqsadga muvofiqdir. Shuning uchun ko‘zga ko‘rinadigan nurlar sohasidan ma’lum to‘lqin uzunlikdagi nurlarni ajratib olish uchun yorug‘lik oqimi yo‘liga yorug‘lik filtrlari o‘rnataladi. Buning uchun intensivligi eng katta bo‘lgan rangli eritmadan qalinligi 1 sm li kyuvetaga solib, ketma-ket yorug‘lik filtrlari kiritiladi, optik zichlikni taqqoslash eritmasi sifatida suv ishlataladi.

Masalan FEK-56 fotoelektrokolorimetrda 9 ta filtr mavjud. Olingan ma’lumotlar jadvalga yoziladi va unga asosan darajalovchi grafik tuziladi, shunga ko‘ra maksimumga to‘g‘ri keladigan yorug‘lik filtri tanlanadi.

#### 2.1-jadval

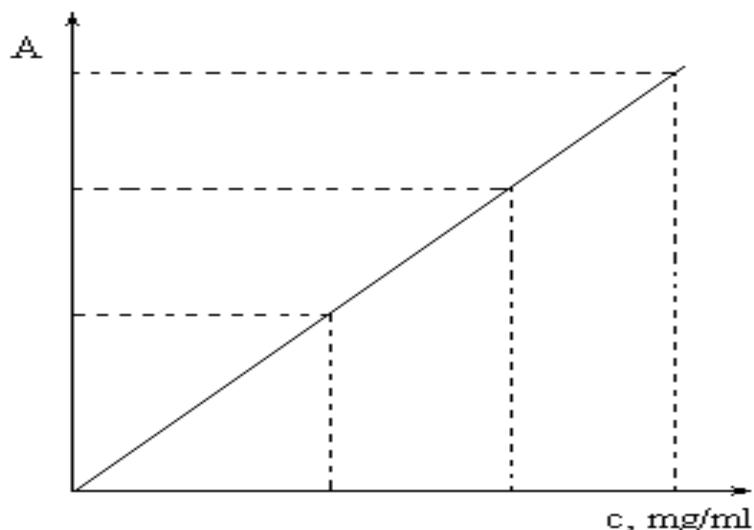
Yorug‘lik filtrining nomeri	1	2	3	4	5	6	7	8	9
O‘tkazuvchanligi, $\lambda$ , nm	315	364	400	440	490	540	582	610	630
Optik zichligi, A									

Tanlangan yorug'lik filtri bilan hamma standart rangli (kichikdan katta konsentratsiyali eritmalar tartibida) va tekshirilayotgan eritmalarning optik zichliklari suvgaga nisbatan aniqlanadi va olingan ma'lumotlar 2.1-jadval shaklida yoziladi. Shunga asosan graduirlangan (darajalangan) (2.10-rasm) grafik tuziladi va shu asosida tekshirilayotgan eritmaning tarkibidagi moddaning miqdori 2.2-jadvalda topiladi.

## 2.2-jadval

Standart eritmaning nomeri	1	2	3	4	5	6	7	Tekshiriladigan eritma
Ionning miqdori, mg/ml								
Optik zichlik								
$A_1$								
$A_2$								
$A_3$								
$A_{0\text{rt}}$								

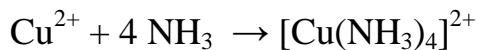
*Ishning maqsadi.* 1. Modda konsentratsiyasini aniqlashning fotometrik usuli bilan tanishish. 2. Optik zichlikning eritma konsentratsiyasiga bog'liqligini aniqlash.



**2.10-rasm.** Optik zichlikning modda konsentratsiyasiga bog'liqlik grafigi.

*Eritmadagi Cu<sup>2+</sup> va Fe<sup>2+</sup> ionlarining miqdorini fotoelektrokolorimetr yordamida aniqlash*

Ikki valentli mis tuzlariga mo'l miqdorda ammiak eritmasi ta'sir ettirilganda kompleks ion hosil bo'lishi hisobiga eritma to'q ko'k rangga kiradi:



Bu birikmaning nur yutish maksimumi 620 nm (qizil filtr) ga to'g'ri keladi. Fotometrik usulda eritmadagi mis ionlari miqdorini aniqlash uchun dastlab standart eritmalar tayyorlanib, ularning optik zichliklari grafigi chiziladi. Grafikdan foydalanib, noma'lum eritmaning tarkibidagi mis ionlari miqdorini eritmaning optik zichligini o'lchash yo'li bilan topish mumkin.

*Kerakli asbabb va reaktivlar:* Fotoelektrokolorimetr, 1 mg/ml konsentratsiyali mis ionlarini saqlagan standart eritma, 5 % li ammiak eritmasi, 100 ml sig'imli o'lchov kolbalari, byuretkalar, o'lchov silindrlari.

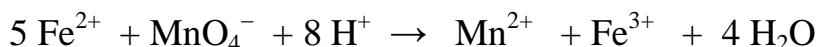
*Ishning borishi;* 6 ta 100 ml sig'imli o'lchov kolbalari olinib, har biriga tegishlicha 1, 3, 5, 7, 9, 10 ml dan standart eritmadan quyib chiqiladi. Har qaysi kolbaga 25 ml dan ammiak eritmasi quyilib, kolbalarning o'lchov chizig'igacha distillangan suv solinadi. Eritmalarning optik zichligi fotoelektrokolorimetrda uch martadan o'lchanib, grafik chiziladi. O'lchov ishlari 50 mm li kyuvetalarda, 620 nm to'lqin uzunligidagi nurlar (qizil filtr) bilan olib boriladi.

1-tajriba. Noma'lum konsentratsiyali eritmaning konsentratsiyasini aniqlash.

Konsentratsiyasi o'lchanishi lozim bo'lgan eritmadan 100 ml sig'imli o'lchov kolbasiga 5 ml olinib, 25 ml ammiak, so'ngra chizig'igacha distillangan suv quyiladi va optik zichligi o'lchanadi. To'zilgan grafikdan foydalanib, eritmadagi mis ionlari miqdori topiladi.

2-tajriba. Eritmadagi temir ionlari (Fe<sup>2+</sup>) miqdorini aniqlash.

Bu tajriba Fe<sup>2+</sup> ionlari saqlagan eritmani kaliy permanganat eritmasi bilan titrlashga asoslangan. Titrlashda quyidagi jarayon sodir bo'ladi:



Ikki valentli temir ionlari saqlagan eritma kaliy permanganat eritmasi bilan titrlanganda eritmada temir ionlari oksidlanib, tugagunicha rangsizligicha

qolaveradi. Temir ionlari tugashi bilan eritma och pushti rangga o‘tadi. Ortiqcha olingen kaliy permanganat miqdorini aniqlab, sarflangan eritmadi miqdordan ayirsak, reaksiyaga kirishgan miqdori kelib chiqadi. Undan foydalanib, eritmadi  $\text{Fe}^{2+}$  ionlari miqdorini hisoblab topiladi.

*Kerakli asbob va reaktivlar:* Fotoelektrokolorimetr, 0,1 N  $\text{KMnO}_4$  eritmasi, Mor to‘zining 0,01 N standart eritmasi, sulfat kislotaning 1:1 hajmiy nisbatdagi suvli eritmasi, 250 ml sig‘imli o‘lchov kolbalari, byuretkalar, pipetkalar, o‘lchov silindrлari.

*Ishning borishi.*  $\text{KMnO}_4$  eritmasining konsentratsiyasini aniqlash.

Kaliy permanganatning 0,1 N eritmasini suyultirib 250 ml sig‘imli o‘lchov kolbasida 0,01 N konsentratsiyali eritma tayyorlanadi. Stakanga standart mor to‘zi eritmasidan 10 ml olinib, ustiga 5 ml sulfat kislota eritmasidan quyiladi va taxminan 50 ml gacha distillangan suv bilan suyultiriladi. Magnit aralashtirgich ishga tushirilib, fotoelektrokolorimetr 100% nur o‘tkazishga moslab sozlanadi. Yashil nur filtri yordamida (540 nm) 0,5-1,0 ml dan kaliy permanganat eritmasidan qo‘shish yo‘li bilan uch parallel o‘lchov o‘tkaziladi. Eritmaning optik zichligi ortishi boshlanishi bilan aniq natija olish uchun kamida 5 ta nuqta olish lozim. Har bir titrlash uchun optik zichlik va titrant hajmi orasidagi bog‘liqlik grafigi olinadi. Ikkita to‘g‘ri chiziqli maydonlarning kesishishidan sarflangan titrant hajmi topiladi. Tajribalarning natijalarini qo‘shib 10 ml standart eritma uchun sarf bo‘ladigan titrant hajmi topilgach quyidagi formula yordamida titrant konsentratsiyasi hisoblanadi:

$$C_N(\text{KMnO}_4) = \frac{C_N(\text{Mor tuzi}) \cdot V(\text{Mor tuzi})}{V(\text{KMnO}_4)}$$

*Konsentratsiyasi noma ’lum eritmadi  $\text{Fe}^{2+}$  ionlari miqdorini aniqlash*

Konsentratsiyasi aniqlanishi kerak bo‘lgan eritmadan 10 ml olinib, unga 5 ml sulfat kislota eritmasidan qo‘shiladi va eritma 50 ml gacha distillangan suv bilan suyultiriladi. Magnit aralashtirgich ishga tushirilib, fotokolorimetr 100% nur o‘tkazishga sozlanadi. Yashil nur filtri yordamida (540 nm) 0,5-1,0 ml dan kaliy permanganat eritmasidan qo‘shish yo‘li bilan eritma titrlanadi. Titrlash natijasida

optik zichlik va titrant hajmi orasidagi bog'liqlik grafigi olinadi. Eritmadagi temir ionlari miqdori quyidagi formula bo'yicha hisoblab topiladi:

$$m(Fe^{2+}) = \frac{V(KMnO_4) \cdot M(Fe^{2+}) \cdot V(titrlanayotgan eritma)}{1000 \cdot V(Fe^{2+} saqlagan eritma hajmi)}$$

### **Nazorat savollari:**

1. Fotometrik o'lchash texnikasi va asboblari nimalar kiradi?
2. Moddalarni fotometrik aniqlash usullari nimaga asoslangan?.
3. Fotokolorimetrik tahlil usulida nurning necha foizini o'tkazadi?
4. Eritmaning optik zichligini aniqlash qaysi asboblar yordamida amalga oshiriladi.

## **2.4. SPEKTRAL USULLARINING FIZIK MAZMUNI VA SPEKTRAL TAHLILDA QO'LLANILADIGAN ASBOB-USKUNALAR**

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

- 1) ultrabinafsha spektr (to'lqin uzuligi 100 - 380 nm) (2.11-rasm);
- 2) ko'rindigan spektr (to'lqin uzunligi 380 - 760 nm);
- 3) infraqizil spektr 760 - 100000 nm.

Ishlayotgan spektrning xarakteriga qarab optik tahlil quyidagilarga bo'linadi:

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

Tahlilning optik usullari guruhiga quyidagilar kiradi:



## 2.11-rasm. Ultrabinafsha spektr asbobi

Spektral va boshqa optik tahlil usullari materiya va elektromagnit nurlanishning o'zaro ta'siridan kelib chiqadigan turli hodisalar va ta'sirlardan foydalanishga asoslangan.

Ushbu usullarning ba'zilari gazsimon holatdagi atomlar va ionlar (emissiya spektr analizi, olov emissiyasi spektroskopiyasi) to'lqinining uzunligi, zichligi va boshqa xususiyatlarini o'lchashga asoslangan. Boshqa bir qism (absorbsiya spektroskopiyasi) radiatsiyaning jadalligini o'lchashda (modda fotokolorimetri, spektrofotometriya, IQ spektroskopiyasi, atom absorbsiyon spektral tahlillari, fotometrik titrash, turbidimetriya) yoki uning dispersiyasi nefelometriyadan o'tayotganda sodir bo'ladi.

Ikkinci guruh usullari nisbatan oddiy bo'lib, tahlil qilish uchun ko'p vaqt talab qilmaydi va shuning uchun kimyoviy profilning sanoat va ilmiy-tadqiqot laboratoriylarida va atrof-muhit monitoringi vositalarida keng tarqalgan bo'lib foydalilanadi. Noorganik va organik ob'ektlarni tahlil qilish bilan bog'liq nashrlarning 60% dan ortig'i ushbu usul guruhi bag'ishlangan.

Shu sababli, ushbu metodik ko'rsatmalar yuqorida noma'lum bo'lgan boshqa optik usullarning qadriyatlarini hech qanday tarzdakamaytirmsandan, ushbu uslublar guruhi bag'ishlangan.

Absorbsion spektroskopiya usullari juda sezgir va aniq tanlanadi. Komponentlarini kimyoviy ajralishi bilan murakkab namunalardagi

komponentlarini aniqlashni amalga oshirish uchun sezgirlingini, ayniqsa, bush jinslarni ( $10^{-6}$  %  $10^{-5}$ ) aniqlash uchun do'llaniladi. Usullarning nisbiy xatosi 1-3% ni tashkil qiladi.

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

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

Emission optik tahlil quyidagi turlarga bo'linadi:

1. Vizual tahlil.

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

2. Fotografik atom emmision optik tahlil.

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

3. Fotoelektrik tahlil .

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

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

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

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

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

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

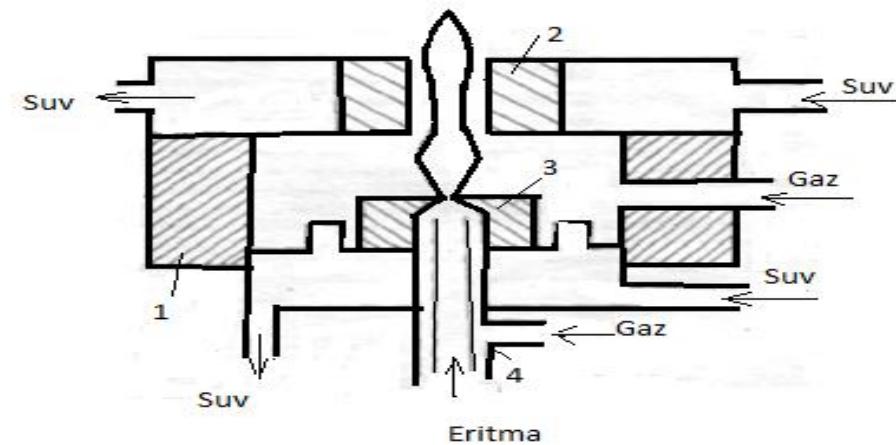
- stiloskoplar;
- stilometrlar;
- kvantometrlar;
- yoyli (пламенные) fotometrlar;
- atom - adsorbsion spektrofotometrlar.

Spektrni qo‘zg‘atish manbalari. Qo‘zg‘atish manbalari namunali kondensatsiyalangan fazadan bug‘simon fazaga o‘tkazadi. Ko‘pchilik qo‘zg‘atish fazalarida bu ishlar birga amalga oshiriladi, ammo ba’zi hollarda ikkita: biri bug‘simon faza olish uchun va ikkinchisi esa uni qo‘zg‘atish uchun ishlatiluvchi qurilmalardan foydalilaniladi. Bunday manbalarga, yoy plazmatorini ikkita oraliqlik generatori, gazni uchqunlatuvchi g’ovak katodli lampalar, tutovchi razryadli naycha,

despirlovchi nurni ( yoyuvchi ) elementlar kirdi .

Bularning ichida yoyli plazmatorlar keng tarqalgan (2.12- rasm). Yoy anodining 1- 2 mm li teshigi bo‘lib, u orqali inert gaz kameraga puflab o‘tkaziladi.

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



**2.12-rasm.** Yoy plazmatronni sxemasi: 1 - kamera; 2,3 - grafit elektronlari; 4 - purkagich.

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

Bunda plazmaning haroratini  $5000-12000^{\circ}\text{C}$  oralig‘ida o‘zgartirilib turish mumkin. Plazmatrondan ko‘pincha eritmalarni va ba’zan kukunlarini tahlil qilishda foydalilanildi .

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

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

Yoyda deyarli barcha elementlarning spektrlarini olish mumkin.

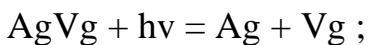
## **Yorug'likni qabul qiluvchi moslamalar**

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

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

Yorug'likni qabul qiluvchi moslamalarga fotoplastinkalar, fotoelementlar kiradi.

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



Natijada plastinkadagi yashirin tasvir paydo bo'ladi.

### **Nazorat savollari:**

1. Namunadagi komponentlarning sifat va miqdoriy tarkibi nima orqali aniqlanadi?
2. Spektrni qo'zg'atish manbalari nimalar kiradi?
3. Emission optik tahlil qaysi turlarga bo'linadi?
4. Yorug'likni qabul qiluvchi moslamalarga nimalar kiradi?

## **2.5. ATOM –ABSORBSION SPEKTROSKOPIYA**

Atom-absorbsiya usuli 1905-yili Avstraliyalik olim A.Uolsi tomonidan kashf etilib ,undan dunyoning barcha analitik laboratoriylarida foydalanib kelinmoqda. Bu usul yordamida kimyoviy taxlil ishlarini olib borish uchun o'rganiladigan moddaning bir qismi atomli bug' xolatiga o'tkaziladi va hosil bo'lgan yutilish maksimumi shu element uchungina tegishli hisoblanadi.

Atom-absorbsion spektral tahlil muayyan to'lqin uzunligidagi yorug'lik tarkibida aniqlanuvchi element bor alangadan o'tganida yutilishini o'lchashga

asoslangan. Nur yutish alangadagi element atomlari elektronlarining yuqoriroq energetik pog'onalarga o'tishi va bunda ma'lum energiyali yorug'lik kvantlarini - h(h-plank doimiysi,-nur chastotasi) yutishi natijasida sodir bo'ladi.

**Induktiv plazma bilan bog'langan atom emissiya spektroskopiyasi (ISP).** Plazma (X) atomlari bo'lgan gazdir, Kuchli yuqori chastotali maydonda plazma ion holatiga aylanadi:

$$X = \sum X^{n+} \cdot \sum n_3.$$

Indeksyon isitish natijasida bir atromli inert gaz – argon (Ar) hosil bo'ladi. Plazma harorati 6000 dan 10000 K gacha bo'lgan qiymatlarga etadi. Namunaning energiyasi, bu atomizatsiyaga va uning qo'zg'alishiga olib keladi. Bunday yuqori haroratlarda elementlarning aksariyati ionlar Rasmida mavjud. Spektrda ion va atom liniyalari, ion chiziqlari bilan, odatda, ta'minlaydi. yaxshi sezuvchanlik.

SP bilan spektroskopiyaning asosiy afzallikkleri:

- bir vaqtning o'zida deyarli barcha elementlarni aniqlash qobiliyati davriy tizimi (~ 70-80 elementlar) va 20 – 40 elementlarni aniqlash mumkin;
- 6 ta tartibli komponentlar sifatida aniqlash imkonini beruvchi konsentrasiyadagi natijani ya'ni chiziqli grafikalarini bitta jadvalga raqamlar orqali ko'rsatiladi;
- avtomatlashtirish, kompyuterni boshqarish imkoniyati;
- kam aniqlash chegaralari orqali;
- natijalarning yaxshi takrorlanishi (nisbiy xatolik 0, 1 – 1%).

Natijalarning to'g'riliqi past darajada ta'minlanadi. Kamchiliklar ba'zi spektral aralashuvlar bilan bog'liq, bitta zaryadli va ikkita zaryadli ionlar, ko'p sonli chiziqlar (ayniqsa spektrlarda Fe, Co, U) atomlarga tegishlidir.

**Lazer yordamida atom emissiya spektroskopiyasi.** Ushbu usul bilan namunani atomizatsiya qilish va uyg'otish amalga oshiriladi. lazer oqimi. Ba'zan qo'shimcha manba sifatidaenergiya elektr decarjdan foydalanadi. Usulning o'ziga xos xususiyatusul kichik sirtlarni(50 mikrongacha) tekshirishga imkon beradi. diametri). (2.13-rasm)



**2.13-rasm.** Lazerli atom emissiya spektroskopiya qo'rilmasi

**Atom emissiya spektroskopiyasi usulini qo'llash.** Atom elektrostantsiyasi usuli Li elementlarni aniqlash uchun ishlataladi va bir vaqtning o'zida elementga bir nechta ta'rif berish mumkin (2.8-rasm). Ushbu usul po'lat ishlab chiqarishda jarayonni nazorat qilishda, tahlilning tezligi va takrorlanuvchanligi tufayli ajralib turadi. elementning boshqa elementlar bilan aralashmasini emissiya usulida aniqlash usulning samaradorligi beradi. Misol uchun, komponentlarni ajratish usuli xromatografik va detektor sifatida ishlab chiqariladi. AE-spektrometr fosfor aralashmalari tahlil qilish sifatida mos keladi.





**2.14-rasm.** Atom emissiya spektroskopiyasi asboblari

Xom ashyo, oraliq moddalar va mahsulotlardagi moddalar, shu jumladan yuqori toza erituvchanligi va uchuvchan miqdorlarni aniqlash tahlil qilishning yuqori sezgirligi usuli hisoblanadi. ISP bilan atom elektr stantsiyasi har qanday namunani tahlil qilish uchun ishlataladi yani: metallar va qotishmalar, tabiiy xom ashyo va materiallar, biologik va klinik namunalar, 116 qishloq xo'jaligi va oziq-ovqat namunalari, elektronika uchun materiallar, metallar, yuqori toza kimyoviy reagentlar va hokazo.

## **Emissiya spektr analizi. atomik emissiya, spektral, sifatli va yarim miqdoriy tahlil**

Atomlarning emissiya spektrlari molekulyarlardan ko'ra soddalashtirilganligi sababli, massa ko'p elementli ekspress-tahlil qilish uchun keng tarqalgan bo'lib qo'llaniladigan ishlab chiqarishga asoslangan usullardir.

**Atom emissiya tahlillari (AEA)** moddani tashkil etuvchi atomlarning emissiya spektrlarini olish va o'rganish yo'li bilan moddaning atom tarkibini nitel va miqdor jihatidan aniqlashga asoslangan (2.14-rasm).

PI AEA tahlil qilingan moddalar namunasi spektral asbobning qo'zg'alish manbasiga kiritilgan. Uyqunlik manbasida bu namuna eritish, bug'lanish, molekulalarning ajralib chiqishi, atomlarning ionlashishi va atomlar va ionlarning harakatlanishi bilan bog'liq murakkab jarayonlarga uchraydi.

Juda qisqa vaqtdan so'ng ( $\sim 10 - 108$  s) keyin o'zlashtirilgan atomlar va ionlar o'z-o'zidan beqaror qo'zg'algan holatdan an'anaviy yoki oraliq holatga qaytadilar. Bu chastotalar V va spektr chizig'ining ko'rinishi bilan yorug'lik chiqarilishiga olib keladi.

Atom emissiyasining umumiyligi sxemasi quyidagicha ifodalanishi mumkin:

$$A + E = A \cdot 10^{-8} = A + hv$$

Ushbu jarayonlarning darajasi va intensivligi qo'zg'atadigan manbaning energiyasiga bog'liq.

Eng ko'p uchraydigan hv: gaz olovi, yoy va uchqun chiqitlari, indeksiyon bilan bog'langan plazma (ICP). Ularning energetik xarakteristikasi harorat deb hisoblanishi mumkin. Turli hv ning qiyosiy ko'rsatkichlari 2.3-jadvalda keltirilgan.

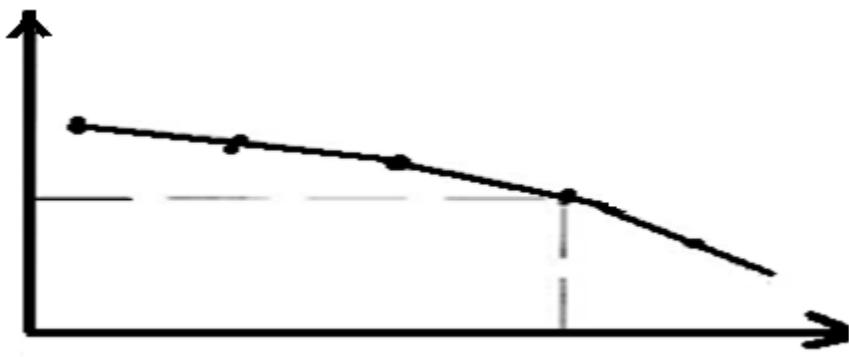
AEA usullari qattiq va suyuq namunalarni sinash uchun ishlatilishi mumkin. hv ga moddani kiritish usullari. 2.3-jadvalda keltirilgan.

Xususiyati	Температура, $^{\circ}\text{C}$	Ko'zda tutilgan элементы
Olov:	1800	Alqali va gidroksidi metallar
a) yorituvchi gas havosi	2200	Metallarning deyarli barcha turlari
b) asetilen - hav	3100	Metall, C, N metallar, C, N va ba'zi metall elementlari
c) asetilen - kislород	3500-7000- 5000-800 0	
DC boshq.	10000 ( fakelga)	
AC boshq	3000 (kanalga)	

Sifatli tahlil namuna spektridagi spektral chiziqlarni aniqlash orqali, ya'ni ularning to'lqin uzunligini, intensivligini va bir yoki bir elementga tegishli ekanligini aniqlash orqali amalga oshiriladi.

Spektrni sharhlash va tahlil qilingan chiziqning to'lqin uzunligini aniqlash uchun biz alohida yo'nalishlarning to'lqin uzunligini ko'rsatadigan mos yozuvlar spektrlaridan foydalanamiz. Ko'pincha, turli xil to'lqin bo'yli hududlarda ma'lum bo'lgan X ning xarakterli guruhlariga ega bo'lgan, bu maqsadda juda yaxshi o'rganilgan temir spektri ishlataladi.

Vizual AEA foydalanilganda asbob ishlatalgan (stiloskop, stilometr) ishlataladigan asbobning dispersiyali egri chiziqlari (2.15-rasm), ya'ni uning ordinate o'qi bilan bog'liqligini ko'rsatadigan asbobning kalibrash grafigi ishlataladi  $N = f(x)$  (mis, temir, va hokazo) mos yozuvlar spektrida Nuh to'lqin chizig'i. So'ngra, ular o'z navbatida, o'qish tsilindrining o'lchamlarini tahlil qilishda analit namunasining spektridagi barcha chiziqlarni o'rnatadilar.  $Z = f(k)$  ga qaramlik bo'yicha uchastkaga ko'ra, spektr chiziqlarining to'lqin uzunligi aniqlanadi.



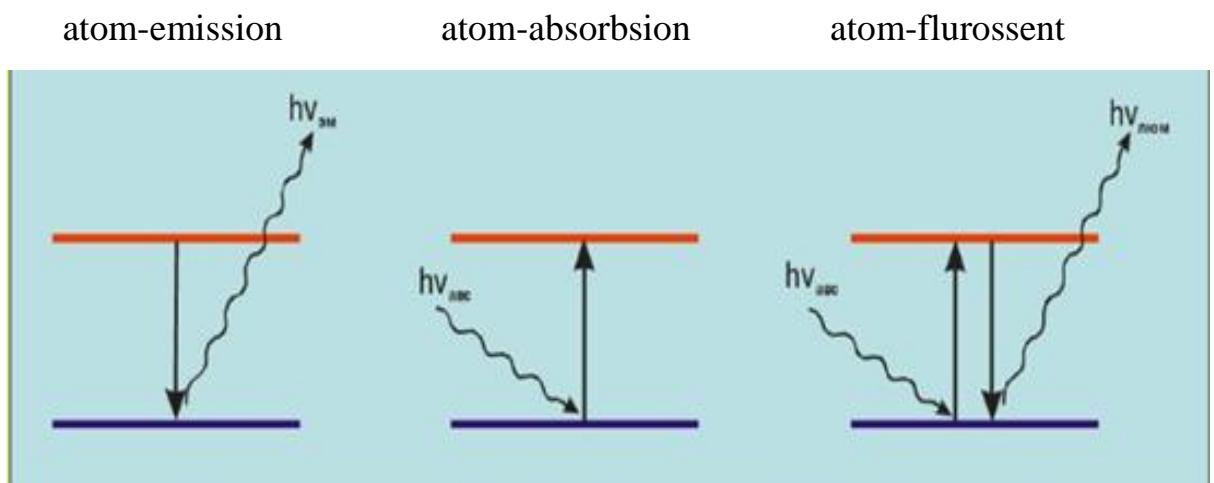
**2.15-rasm.** Qurilmaning dispersiyon eg'ri chizig'i

Shundan so'ng namunaviy spektrdagи chiziqlar maxsus jadvallar yordamida aniqlanadi, unda barcha spektrli chiziqlar ma'lum elementlarga (ularning sonini, rangi, to'lqin bo'yи, ionlash potensiali, EI) ko'rsatiladi. 2.4-jadval

Элемент	Element ionizasiyasi	To'lqin uzunligi, нм	Xarakterli chiziqlar
A1 (uchqun darajasi)	5.98	624.3 623.2 484.2 466.3 559.3	To'q rang Uchqun vaqtি Moviy Yorqin rangli Sariq rangli

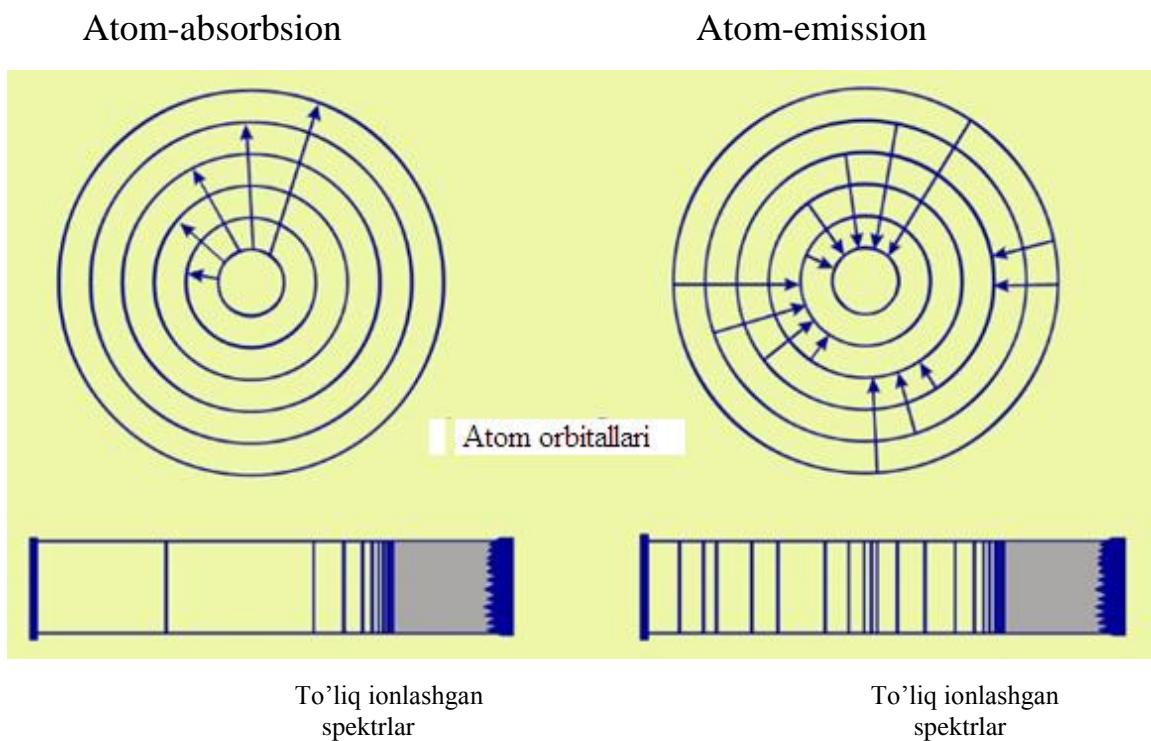
Agar spektral chiziqlar uch yoki to'rtta aniqlansa, element namunada mavjuddir.

Elementlarni tahlil qilishda, har bir yani atom-emission, atom-absorbsion va atom-fluroscent spektr tahlillarida nur o'tish chiziqlari (2.16-rasm) xar xil ko'rinishdan iborat.



**2.16-rasm.** Nur o'tish chiziqlari

Atom-absorbsion va atom-emission spektroskopiyada elektronlarning o'tish sxemasi.



### 2.17-rasm. Diafragma

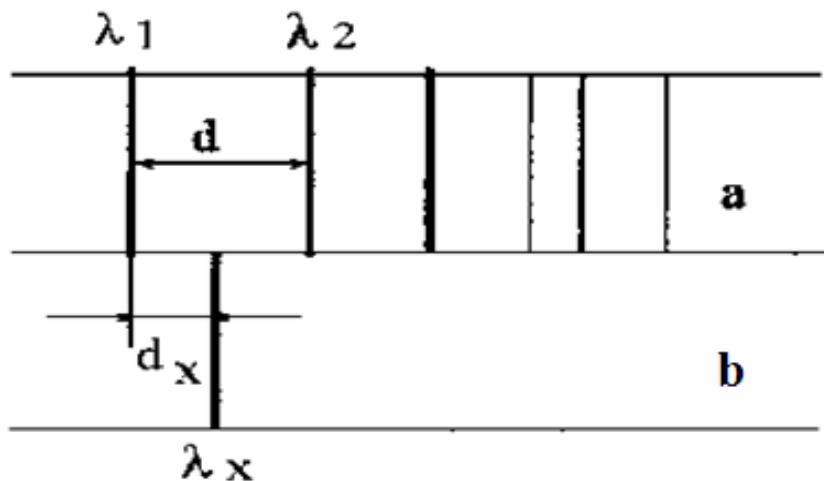
AEA ning fotosurat versiyasida temirning mos yozuvlar spektri o'rganilayotgan spektrning yuqorisida yoki undan past bo'lgan maxsus diafragma orqali suratga olinadi (2.17-rasm).

Noma'lum chiziqning to'lqin uzunligi  $L_x$  ni aniqlash uchun, taqqoslaganda spektrda o'tkir chiziqlar va  $X_2$  tanlanadilar, tahlil qilinadigan liniya ular orasida.

Namunada aniqlangan qiymatiga ko'ra, ma'lum bir spektral chiziq spektral chiziqlar jadvallari yordamida bir yoki bir nechta elementga tegishli (masalan, Seidel A.N. va boshq., "Spektral chiziqlar jadvali").

$$\Pi_x = \Pi_2 - (\Pi_1 - \Pi_2) \frac{d_x}{d}$$

Vodorodning uzunligini, hozirgi zamonning to'lqin uzunligini aniqlash sxemasi:



**2.18-rasm.** Vodorodning uzunligini, hozirgi zamonning to'lqin uzunligini aniqlash sxemasi: a - temirning spektri; atrofida yotish  $\lambda_x$ , bundan b - spektr namunasi; a - temirning spektri; atrofida yotish  $\lambda_x$ , ,bundan b - spektr namunasi.

Ushbu ro'yxat quyidagilarni o'z ichiga olmaydi. (2.18-rasm) :

- berilgan ma'lumotlarga ta'sir etolmagan yo'nalishlar;
- murakkab spektrli elementlarning past intensivligi (ya'ni, ikkilik, uch va hokazo);
- ushbu moddada mavjud bo'ladigan elementlarning satrlari.

Spektroelektor yordamida identifikatsiyalash temirning mos yozuvlar spektrini birlashtirish orqali amalga oshiriladi, bu keyingi o'rganilayotgan spektrli elementlarni o'rganib chiqdi va ular spektrlarning satrlari tasodifiyligini qayd etdilar. Elementning so'nggi sathining spektrda aniqlanmaganligi ushbu elementning boshqa qatorlari yo'qligiga kafolat beradi. Biroq, har qanday elementning so'nggi sathiga xos bo'lgan X bilan chiziqning mavjudligi bu chiziq ushbu elementga tegishli degani emas. Bu spektral chiziqlarni kiritish natijasi bo'lishi mumkin. Shuning uchun, oxirgi identifikator barcha "shubhali" elementlarning oxirgi satrlarini tekshirish orqali amalga oshiriladi.

10-5% ga (Na, B, Bi va boshqalar) 10-2% (Hg, Os, va boshqalar) ni aniqlash chegarasi mavjud bo'lgan 80 dan ortiq element sifatli EEA tomonidan aniqlanadi. Kam farq etish limiti tasodifiy kontaminatsiya natijasida namunaga tushgan elementlarni qayta kashf etishga olib kelishi mumkin.

Sifatli AEA aslida yarim miqdoriy tahlil bo'lib, spektrdagи elementlarning sathi

yoki yo'qligi ularning namunadagi konsentratsiyasi bilan bog'liq. Yarim-miqdoriy aniqlashda taqqoslash usuli va yo'qotish liniyasi usuli qo'llaniladi. Taqqoslash usuli yordamida ingl. Tadqiqotlar chiziqning intensivligi taqqoslash liniyasi zichligi bilan taqqoslanadi, ikkinchisi odatda qotishmalarining asosiy tarkibiy qismi sifatida tanlanadi. Masalan, polietilen Ni ni aniqlash uchun Ni 471.44 nm va Fe 471.03 nm (mos yozuvlar yo'naliш) yo'naliшlarini ishlatiladi. Na tarkibida 1,5% bo'lsa, har ikki yo'naliшdagи zichlik teng bo'lganda, Na tarkibida > 1,5% bo'lganda, Ni chizig'inинг zichligi > Fe zo'riqishi va Na tarkibida <1.5% bo'lsa,- aksincha.

Chiziqni yo'qotish usuli, elementning spektridagi satrlar soni uning namunadagi kontsentratsiyasiga bog'liq bo'lishiga asoslanadi.

#### 2.4-jadval

Qotishmada Sn miqdori, %	Kuzatilgan chiziqlar soni
0,10	5
0,01	3
0,003	2
0,001	1

Spektrdagi elementlarning muayyan miqdordagi chiziqlari mavjudligini aniqlab, uning kontsentratsiyasini taxmin qilish mumkin.

Ikkita spektral chiziqlar, ulardan biri aniq bir elementga, ikkinchisi esa Cx ning ma'lum bir kontsentratsiyasida bir xil zichlikdagi asosiy komponentga homolog hisoblanadi.

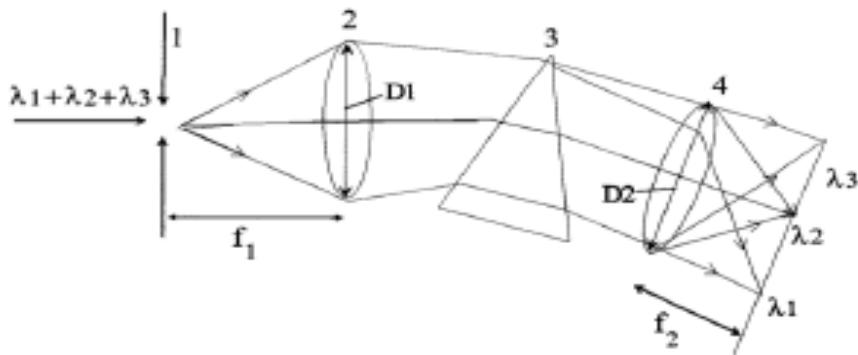
Noma'lum juftning chiziqlari bir qator talablarni keltirish kerak:

- a) ularning nisbiy intensivligi ogohlantiruvchi sharoitga bog'liq bo'lmasligi kerak;
- b) ular bir-biriga iloji boricha yaqin bo'lishi kerak;
- c) yonidagi boshqa yo'naliшlarning mavjudligi (ayniqsa nisbatan yuqori intensivlik yoki assimmetrik joylashuv bilan) talab qilinmaydi;
- d) ularning profillari xuddi shunday bo'lishi kerak (chunki o'tkir va tarqoq liniyalarning intensivligi tengligini belgilash mumkin emas).

Ushbu usulning qiymati mutlaq, ya'ni standartlarni talab qilmasligi mumkin.

Bugungi kunga kelib homolog juft juftlarga katta tajriba materiallari yig'ildi.

Yarim-miqdoriy tahlil 20-30 foiz nisbiy xato bilan tavsiflanadi va asosan qotishmalarni o'rganish uchun (blankalarni, qismlarni va boshqalarni saralash) qo'llaniladi.



**2.19-rasm.** Spektral priborining sxemasi: 1-nur o'tishsh yuli; 2-kollimator ob'ektivi (D<sub>1</sub> diametri, f<sub>1</sub> fokuc oraliq masofasi); 3-prizma; 4-kamera ob'ektivi (D<sub>2</sub> - diametri, f<sub>2</sub> - fokuc oraliq masofasi).

**Molekulyar flurosens spektroskopiya,** bu usul, radiatsiya intensivligini o'lchashga asoslangan. Elektromagnit muhitning molekulyar muhitini singdirish natijasida boshqa optik diapazonning emissiyasi usuliga molekulyar (2.20-rasm) lyuminestsent spektroskopiya (MFS) deyiladi. Shunday qilib, flurometrik usulning asosi nur yotilishidir.



**2.20-rasm.** Molekulyar luminessens asbobi

### **Molekulyar - adsorbsion tahlil usuli**

Molekulyar adsorbsion spektrlari, atomlarning spektrlaridan farqli o'laroq,

kengroq bantlardan iborat, chunki ular molekulani tuproq holatidan tortib to qo'zg'almas holatga o'tkazilishi natijasida yuzaga kelishi mumkin bo'lgan turli xil o'tish turlarining (EKA) miqdorini aks ettiradi. Bu molekulyar adsorbsiyalanish spektrlari asosida sifatli tahlil qilishni qiyinlashtiradi, shuning uchun ular odatda miqdoriy tahlil uchun ishlatiladi.

Molekulyar assimilyatsiya usullarining eng keng tarqalgan usullari kolorimetriya, fotokolometrik va spektrofotometriya bo'lib, ular umumiyligi bilan birlashtirilgan.

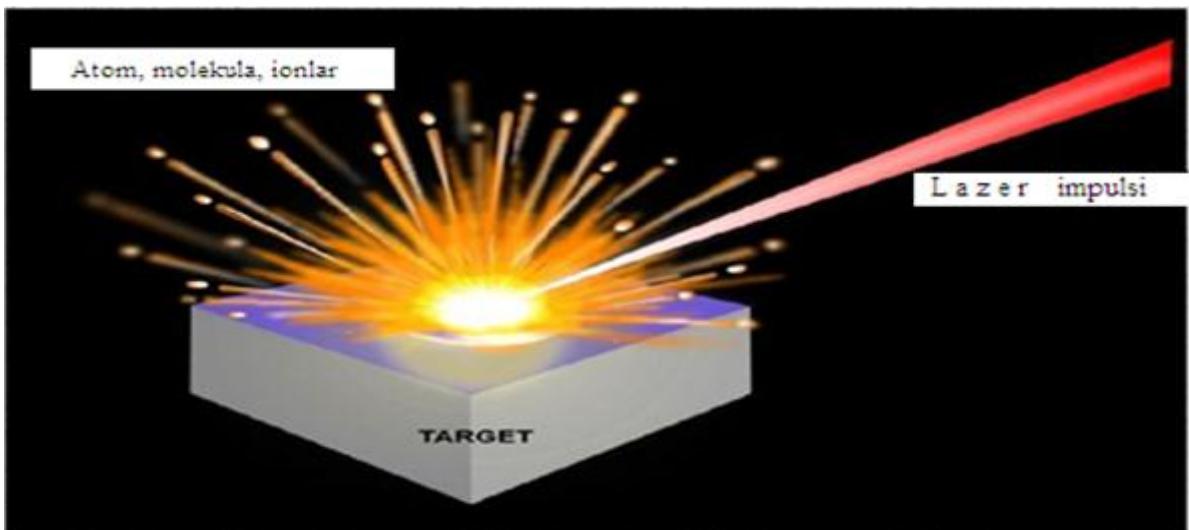
Fotometriya bir hil tizimlar konsentratsiyasi (masalan, eritmalar) va ularning paydo bo'lishi va UV spektrli hududlarida ularning assimilyatsiya orasidagi proportsional munosabatga asoslangan. Fotometrik usullardagi farqlarni quyidagi jadvalda ko'rishimiz mumkin:

#### 2.6-jadval

Nomi	Spektr maydoni	Monoxromator	Nur o'tkazgichni hisoblash usuli
Kolorometriya	Ko'rinati	Monokromatorsiz yoki (masalan, yorug'lik filtrli)	Vizual
Fotokolometriya	Ko'rinati	yorug'lik filtrli	Fotoelektrik
Spektrofotometriya	Ko'rinati UF	Parchalanish panjarasi, prizma	Xuddi shu narsa

#### Atom-absorbsion spektraskopiyada atomlashtirgichlar (atomizatorlar).

Atom-absorbsion analizda atom-emission spektroskopiyadan farqli atomizator namunani faqat atom holatiga o'tkazadi, uni qo'zg'atmaydi. Shuning uchun, (2.21-rasm) atom-absorbsion analizningning ishchi temperatura oralig'i ( $800 - 3000^{\circ}\text{C}$ ) AES nikiga qaraganda ancha past. Atom-absorbsion analizda qo'llaniladigan atomlash manbalarini asosiyлari alangalar va elektr toki yordamida qizdiriladigan atomlashtirgichlardir.



**2.21-rasm.** Lazer atamizatori

**Alanga.** Atom-absorbsion analizi uchun qo'llaniladigan alanga atomizatori xuddi atom-emission spektraskopiyakiday gorelkadan iboratdir. Lekin, tuzilishi tomonidan atom-emission va atom-absorbsion atomizatorlari bir-biridan farq qiladi. Atom-absorbsion analizda odatda har xil tuzilishga ega bo'lgan tirkishli gorelkalar ishlataladi. Bunday gorelkalarning alangasi cho'zilgan, ingichka tirkish shakliga ega bo'ladi. Shunday qilinganda optik yo'l uzaytiriladi, bu esa o'z navbatiga ko'ra analitik signalni ko'payishini ta'minlaydi.

Atom-absorbsion analizda tarkibi quyidagicha bo'lgan yonuvchi aralashmalarni qo'llash keng tarqalgan: yoritgich gaz - havo ( $1500 - 1800^{\circ}\text{C}$ ), atsetilen - havo ( $2200 - 2300^{\circ}\text{C}$ ), atsetilen - azotning chala oksidi ( $2700 - 2950^{\circ}\text{C}$ ). Ish maromining yuqori darajada turg'un bo'lishi alanga atomizatorining muhim ustunligi hisoblanadi. Namuna atomizatorga eritma ko'rinishida yuqori tezlikda purkalgani uchun, yuqori temperaturali sharoitda juda qisqa vaqt bo'ladi, shuning uchun ham, atomlashtirish maxsuldarligi pastdir. Bu esa uning eng katta kamchiligi hisoblanadi.

**Elektrotermik atomizatorlar.** Atom-absorbsion analizda elektrotermik usul bilan

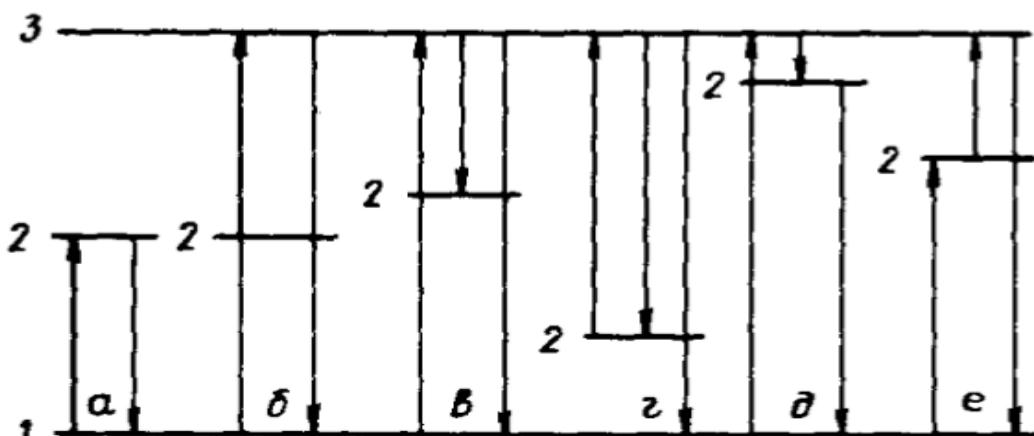
Atomlash Lvov (1950 - 60 yillarda) tomonidan ishlab chiqilgan bo'lib keyinchalik bir necha marta takomillashtirilgan. Hozirgi vaqtida eng ko'p tarqalgan atomizatorlar katta elektr toki bilan qizdiriladigan grafit trubkadan iboratdir (uzunligi bir necha santimetr, ichki diametri 1 sm gacha).

Trubkaning yuqori qismida namunani kiritish uchun uncha katta bo'limgan tirkish bor. Suyuq namunalar mikroshprits orqali kiritiladi, qattiq namunalarni analiz qilish uchun ham imkoniyat bor. Grafitni tez yonib kul bo'lishini oldini olish uchun atomizator inert gaz muhitiga (juda toza argon) joylashtiriladi. Moddani elektrotermik usulda atomlash alangaga qaraganda ko'pgina ustunliklarga ega. Ulardan eng asosiysi atomlash maxsuldarligini ko'payishi hisobiga, aniqlash sezgirligining bisyor oshishidir. Bu birinchidan, namunani atomizatorda uzoq vaqt turishi bilan va ikkinchidan, atomizator materialining ya'ni, grafitning ko'pgina elementlar barqaror oksidlarining dissotsiatsiyasini osonlashtiruvchi qaytaruvchilik xossasiga ega ekanligi bilan bog'liqidir. Bundan tashqari, analiz uchun zarur bo'lgan namunaning hajmi keskin kamayadi (alanga atomizatori uchun bu bir necha millilitr, elektrotermik atomizator uchun eritmaning bir tomchisi, 5-50 mikrolitr). Bunga qo'shimcha bir qator metalmaslarning (fosfor, mishyak) intensiv chiziqlari joylashgan spektrning vakuum ultrabinafsha (185 nm dan kam bo'lgan) sohasida o'lhashlar olib borish imkoniyati paydo bo'ladi. Spektrning bu qismiga to'g'ri keluvchi nurlarni atmosferadagi kislorod tomonidan ko'p miqdorda yutilgani sababli alanga yordamida atomlaganda bunday o'lhashlarni o'tkazish imkoniyati yo'q. Nihoyat, elektrotermik atomizatorda tok kuchini o'zgartirish yordamida atomizatorning temperaturasini  $20 - 2700^{\circ}\text{C}$  oralig'ida uzlusiz o'zgartirib turish mumkin.

## 2.6. ATOM FLYOROSENSIYA

Flyorosensiya, yorug'lik kuantasi bilan harakatlantirilgandan so'ng, radiatsiya energiyasini yutilishidan keyin elektromagnit nurlanishning atomlari va molekulalarining yuqori muvozanat emissiyasini ko'rsatadi. Sistema tomonidan chiqarilgan kvant yutilgan kvantga teng bo'lsa, ushbu flyorensya rezonans deb

nomlanadi (2.22-rasm). Atomlar tomonidan so'rilgan barcha energiya bir yo'nalishda chiqarilgandan so'ng, rezonant flyorosensiya eng yorqin va shuning uchun u odatda analitik maqsadlar uchun ishlataladi. Agar sistema tomonidan chiqarilgan kvant absorbent kvantga teng bo'lmasa, flyorosensiya norezonans deb nomlanadi. Flyorosensiya, yorqin nurdan ko'ra qisqa to'lqinli, Stokes deb ataladi va uzoq to'lqin nur bo'ladi. Barcha hollarda, assimilyatsiya va flyoresensya chiziqlarining to'lqin uzunligi mos kelmasa, biz offset flyoresensya chizig'i haqida gapiramiz. Haqiqiy atomlarda sathi soni uchdan ortiq va bosqichma-bosqich tizimli va radiatsiya jarayonlari davomida o'tishlari ulardan har qanday sharoitda uni to'ldirish mumkin. Bu jarayonlar tizimlarda kuzatilgan flyorosensiyaning barcha asosiy qo'zg'alishini va nurlanishini qamrab oladi.



**2.22-rasm.** Flyorosensiya qo'zg'alish davri

Bir vaqtning o'zida flyoresensya spektrida, odatda, o'ndan ortiq nolga ega. Ta'riflangan jarayonlar bilan bir qatorda, fotionizatsiya va keyinchalik ionni rekombinatsiya qilish, avtomatik to'qnashuvlar, molekulyar fotodissosatsiyalanishi va boshqalar tufayli flyoresensya mumkin. Xususan, ikki foton atomining yuqori darajadagi umumiy energiya bilan bir vaqtning o'zida so'rilishi natijasida radiatsiya kuzatiladi. Bir foton bo'lish ehtimoli kamroq bo'lsa-da, lazer qo'zg'alishi ikki fotonli flyoresensya bo'lsa, ikkita fotonning yutilishi ehtimoli juda zinch bo'lishi mumkin. Flyoresensya spektrlarining o'ziga xos xususiyati shundaki, flyoresensya zichligi bu qizg'inligini bog'liq. qo'zg'alish nuqtasi, ya'ni so'rilgan energiyaning kuchidan. Emissiya qilingan energiya miqdori  $\Delta I = I_0 - I$  formula bilan belgilanadi, unda  $I$  - uza-tiladigan energiya miqdori. Bouguer - Lambert - Ber qonuniga ko'ra,

$$I = I_o e^{-k_r} \quad \text{va} \quad \Delta I = I_o (I - e^{-k_r c l}) \quad (1)$$

$k_r$  - absorptsiya koeffitsienti;  $c = 1 \text{ sm}^3$  da atomlarning kontsentratsiyasi;  $I$  - changni yutish yo'lining uzunligi. Bir kvant nurni so'ragan va energiya bilan ishlangan holatda bo'lган atom boshqa atomlar yoki bilan to'qnashuvlar natijasida (energiyani yo'qotish yoki radiatsiya kvantining chiqishi natijasida bu energiyani yo'qotishi mumkin). Yorug'lik kvantasi shaklida chiqarilgan energiyani so'rilgan energiyaga nisbati. Issiqlangan zarrachalar tomonidan emirilgan kvantlarning soni absorbsya qilingan songa nisbati deyarli har doim bir birlikdantengdir.

$$\Pi = \frac{h_r^{to'qn.}}{h_r^{tarq.}} \leq 1 \quad (2)$$

$$\text{Floresan jadalligi} \quad I_{\Pi} = \Pi \Delta I \quad (3)$$

tenglamani ifodalashda

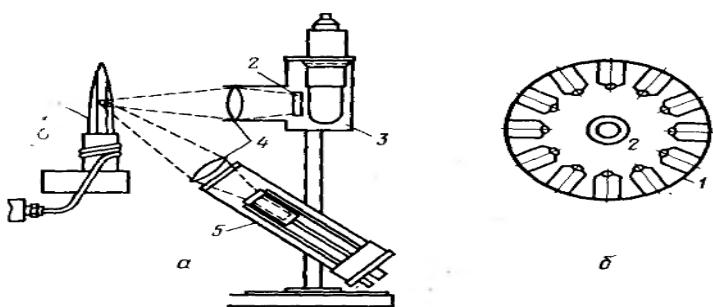
$$e^{-k_r c l} = -1 + k_r c l - \frac{(k_r c l)^2}{2} + \dots \quad (4)$$

ifodasi ifodalanadi, agar so'rilgan muhitning optik zichligi kichik bo'lsa, ya'ni  $k_r c l \leq 1$  bo'lsa, biz birinchi ikkita a'zoni va undan keyin 2-chi ko'rsatkichni cheklab qo'yamiz  $\Delta I = I_o k_r c l$  va (3) formula ustida bo'lishi mumkin.

$$\text{bu holda,} \quad I_{\Pi} = \Pi I_o k_r c l \quad (5)$$

Shakliga aylantiriladi, shuning uchun flyorosensiya zichligi konsentratsiyaga to'g'ridan to'g'ri proportsional bo'ladi. Spektral analizda flyorosensiyadan foydalanishga asoslangan. Namunalardagi kalibrlash egri chiziqlarini taqqoslaganda kalibrlash chiziqlarining chiziqliligi 5-7 buyurtma darajasida kuzatiladi. Rononant flyorensyadan foydalanishda asosiy shovqinlardan biri nur chiroqlarining dispersiyasidir, chunki tarqoq nurning to'lqin uzunligi rezonansli flyorensya to'lqin uzunligiga to'g'ri keladi. Agar rezonans flyorensya signali juda zaif bo'lsa, tarqoq nurli signal uni butunlay maskara oladi. Bu holda, albatta bu mavjud bo'lsa, rezus bo'lмаган flyorensyaga tegishli bo'lган spektr chizig'ini tanlash kerak. Yorug'lik manbasiga bog'liq bo'lганligi sababli, uzoq muddatli uzlusiz ish paytida yuqori kuchlanish va barqarorlikka ega bo'lishi kerak. Yuqori chastotali katodli lampalar va chiroqlar yuqori chastotali elektrodasiz harakatga ega

metall bug 'bilan to'ldirilgan yorug'lilik manbalari sifatida ishlatiladi. Bu manbalarning umumiyligi kamchiliklari ularning kam universalligi, chunki ular atomlarning faqat cheklangan miqdordagi elementlarini harakatlantirish uchun ishlatilishi mumkin. Uning muammosi uzlusiz spektr manbalarini qo'llash orqali hal qilinishi mumkin. Shu bilan birga, yuqori bosimli xenon lampalar singari doimiy spektrning eng kuchli manbalari, UV spektrida zaif kuchga ega bo'lib, qizil hududdagi ( $\sim 500$  nm) doimiy spektrdan monokromator yordamida spektral absorbsiya chizig'ining kengligi (10- 2 nm), monokromatorning R 50000 o'lchamining kuchiga ega bo'lishi kerak. Spektral asboblar monoxromatorlarning kichik oraliqli klassini qo'llash lazer to'lqin uzunligi bo'ylab kuchli monoxromatik liniyani ajratib olish mumkin emasligiga olib keladi. Yorqin 06 yildan beri. Ushbu qo'zg'aluvchan qo'zg'atadigan manba doimiy ravishda o'zgaruvchan qarshiligi qo'zg'alish manbasiga bog'liq bo'lib, lazer nurlanishining kuchi manba manbalarining quvvatidan bir necha buyurtma buyrug'iga ko'ra oshadi; yorug'lilik manbai sifatida ichi bo'sh katodli chiroq bilan biriktiriladi. Ichki katodli lampalar bilan ishlaydigan floresans spektrlari juda oddiy va ICP 4 tasnifi tartibida radiatsiya grafigini ta'minlaydi. Shakl bilan manba atrofida joylashgan 12 ta element uchun tsement modullarini ko'rsatadi bu modullardan birini ko'rsatadi. Har bir moduldagi kuzatuv balandligi mustaqil ravishda keltiriladi.



**2.23-rasm.** ICP bilan atom floresans tahlil qilish uchun installyatsiya sxemasi:  
1 - endo'ktif bilan bog'langan plazma; 2- optik svetofilter; 3- fotota'min-lash; 4 - linzalar; 5 - qavatli katod chiroq.

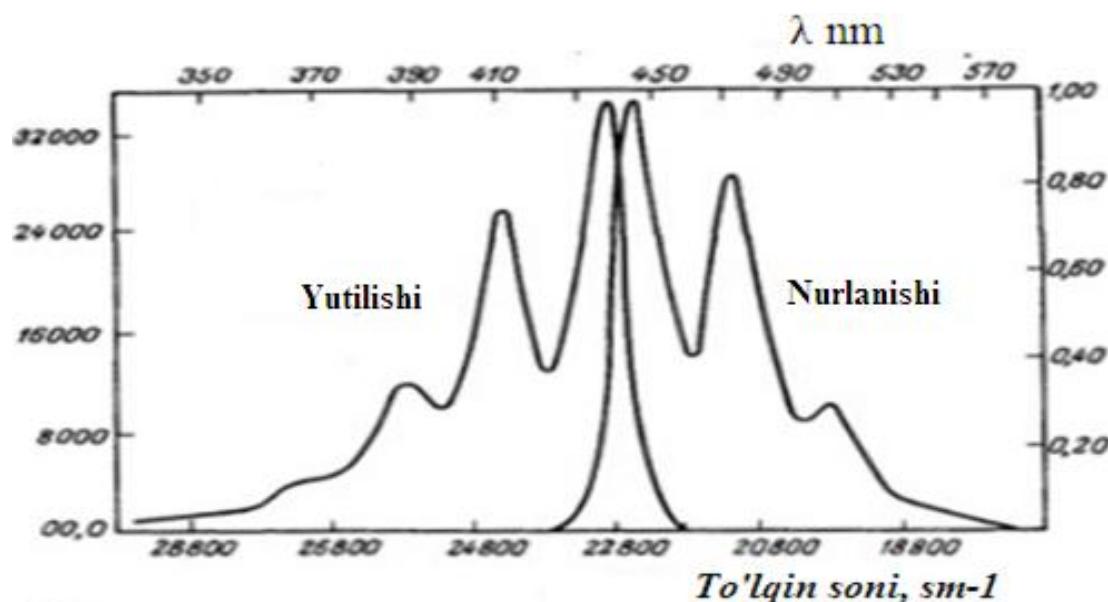
ICP bilan atom flyorosensiya spektroskopiyasi an'anaviy avtomtik emissiya spektroskopiyasidan ustundir: spektral aralashuvlar yo'q; bazaning barqarorligini ta'minlaydi; buzadigan amallar xususiyatlarining ta'siri chiqarib tashlanadi;

tahlilning yuqori aniqligi past darajadagi kontsentratsiyalarda hech qanday o'zgartirishlarsiz amalga oshiriladi (2.23-rasm).

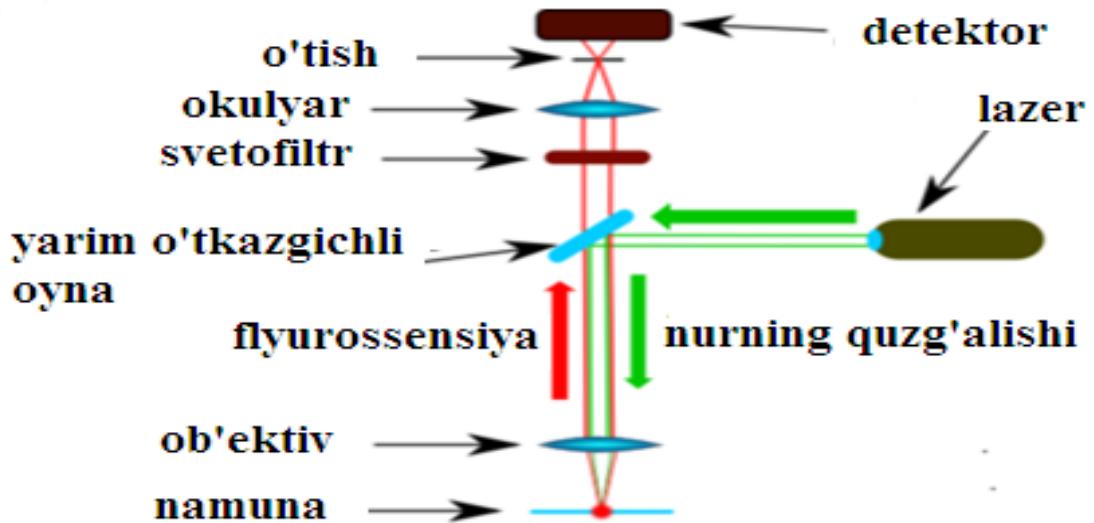
Kamchiliklari, ko'pchilik elementlar uchun, ayniqsa odatiy bo'lganlar uchun yuqori aniqlanadigan chegaralar, (AEC lardagi ICP lardan yuqori bo'lgan buyurtma chegarasi).

**Floresan spektroskopiya.** Molekulyar luminessens usullari-bu usullar radiatsiya molekulyar zarralar boshqa to'ljin uzunligi tomonidan so'rildi va yana tarqaladi.

Luminesans energiya nurlanishi, namunasi bilan so'rilganidan keyin paydo bo'ladi.



**2.24- rasm (a).** Nurlanish spektrlari



**2.24-rasm (b).** Nurlanish spektrlari

2.24-(a,b) rasmdan florossensiya spektridagi farqlarni singdirish va aniqlash mumkin:

- 1) katta uzunliklarda joylashgan to'lqinlar floresan chiziqlar;
- 2) shu bilan birga, ushbu spektrlarning qisman bloklanishi kuzatiladi;
- 3) lyuminestsent chiziqlar, singdirish chiziqlar aks etadi.

Kuzatilgan hodisalar quyidagi tushuntirishlarni topadi. Flloresans bandini uzoq to'lqinlar hududiga o'tkazish, kam energiya bilan ifodalangan energiya yo'qotilishi bilan izohlanadi.

### **Atom-absorbsion spektraskopiyada nurlanish manbalari.**

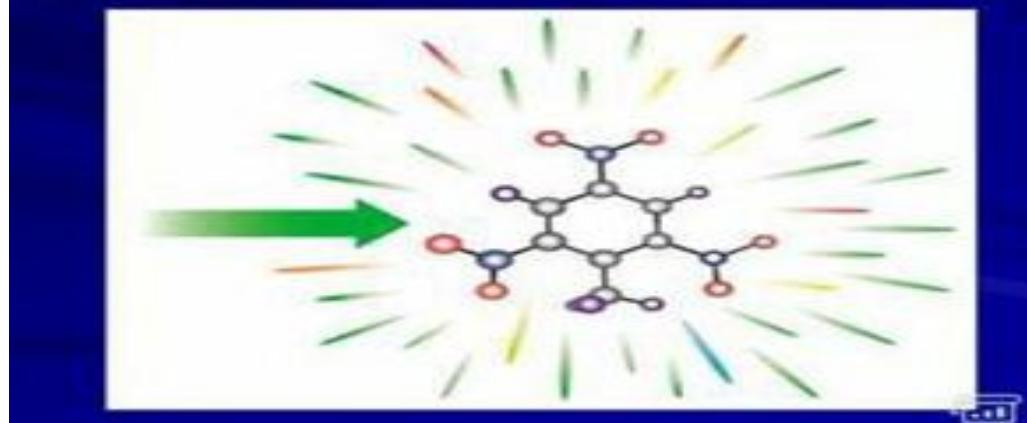
Atom-absorbsion analizning atom-emission spektroskopiyaga nisbatan eng katta farqi unda tashqi nurlanish manbaining borligidir. Bunday manbalarga qo'yiladigan asosiy talab nurlanishning yuqori darajada monoxromatik bo'lishidir (atom yutilish chizig'ining kengligi  $10^{-3}$  -  $10^{-2}$  nm).

## Spektroskopik kombinirlangan nurni tarqalishi



Hozirgi vaqtida atom-absorb-sion analizda nurlanish manbalari sifatida g'ovak (bo'sh) katodli lampalar va elektrodsiz razryad lampalari ishlataladi. Ular chiziqli spektr manbalari hisoblanadi. G'ovak katodli lampa ichida katod va anod elektrodlari bo'lgan past bosimli inert gaz bilan to'ldirilgan shisha eki kvarts ballondan iborat bo'ladi.

## Spektroskopiyani kombinirlangan xolda nurni tarqalishi



Katod stakan shaklida toza metaldan tayyorlanadi. Elektrodlarga kuchlanish berilganda ular orasida biqsima (tleyuhiy) razryad paydo bo'ladi va buning natijasida inert gazning musbat ionlari hosil bo'ladi. Bu ionlar katodni bombardimon qilib undan metall atomlarini urib chiqaradi. U yerda bu atomlar

qo'zg'algan holatga o'tkaziladi va o'zidan tegishli elementning erkin atomlari uchun xarakterli bo'lган elektromagnit nurlarni chiqara boshlaydi. Shunday qilib, g'ovak katodli lampa nurlanishining spektri, bu, katod yasalgan material atomining spektridir (bundan tashqari, spektrda lampa to'ldirilgan gazning qo'zg'algan ionlari chiqarayotgan nurlarga tegishli chiziqlar ham bo'ladi). Bu spektrdan difraktsion panjaralari oddiy monoxromator yordamida bitta chiziqni ajratib (odatda, eng intensivini) uni, tegishli elementni atom-absorbsion analiz orqali aniqlashda ishlatish mumkin.

Elektrodsiz razryad lampalari g'ovak katodli lampalarga o'xshashdir, ularning farqi, tuzilishidadir (konstruktsiyasidadir). Elektrodsiz lampalarda ozgina toza modda (yoki uning uchuvchi oson dissotsiyalanuvchi birikmasi) bo'ladi. Bu modda atomlardan iborat bug' holatiga o'tkaziladi va mikroto'lqin maydonining ta'siri ostida qo'zg'atiladi. Elektrodsiz razryad lampalari asosan metallmaslarni (As, Se, Te, P) va uchuvchi metallarni (Hg, Rb, Cs) aniqlash uchun tayyorlanadi. Razryad lampalarining jiddiy kamchiligi shundan iboratki, har bir lampa faqat bitta elementni aniqlash uchungina yaraydi. Katodi bir nechta elementlarning aralashmasidan (qotishmasidan) tayyorlangan ko'p elementli lampalar ham bor, lekin, ularni ishlatishga oid xarakteristikalarini bir elementli lampalarnikiga qaraganda yomondir. Shuning uchun, atom-absorbsion analiz uchun, chastotasini o'zgartirish mumkin bo'lган nurlanish manbalarini yaratish yo'lida faol urinishlar bo'layapti. Bunday manbalarga misol sifatida, ksenonli kuchli lampalarni ko'rsatish mumkin. Uzlusiz spektrga ega bo'lган bunday lampalar ajratib ko'rsata olish qobiliyati katta bo'lган monoxromatorlar bilan birgalikda intensiv monoxromatik nurlarni hosil qiladi. Shuningdek, bo'yoq moddali chastotasi o'zgartiriladigan lazerlar. Lazer nurlarining yuksak monoxromatligi sababli hatto, elementlarning izotoplarini ham aniqlash mumkin. Shunga qaramasdan, atom-absorbsion analizda g'ovak katodli va elektrodsiz razryad lampalari eng ko'p ishlatiladi.

### **Atom-absorbsion tahlilga xalaqit qiluvchi omillar.**

Atom-absorbsion hatoliklar spectral (optik) va fizik-kimyoviy hatoliklarga

bo'linadi.

### **Optik (spektral) xatoliklari**

Atom-absorbsion analizda ham xuddi atom-emission spektroskopiyadagiday analiz natijalarini buzilishiga sabab bo'luvchi turli effektlar kuzatiladi. Atom-absorbsion analizda fon hosil qiluvchi yorug'likning nurlanishi va yutilishi asosiy optik (spektral) xalaqitlar hisoblanadi.

**Fonning nurlanishi.** Atom-absorbsion analizda atomizator foni nurlanishini manbadan kelayotgan yorug'lik oqimini modulyatsiyalash (intensivlikni davriy o'zgartirish) orqali kompensatsiyalash mumkin. Modulyator deb ataluvchi maxsus mexanik yoki elektr qurilma yordamida nurlanish (yorug'lik) oqimi namunaga davriy impulslar ko'rinishida yo'naltiriladi. Manba namunani yoritgan vaqtda ya'ni, vaqtning  $t_1$  lahzasida  $I$  va  $I_0$  intensivliklarning yig'indisi ( $I + I_0$ ) qayd qilinadi. Vaqtning  $t_2$  lahzasida esa faqat fonning nurlanishi  $I_0$  qayd qilinadi.  $I$  ning tuzatilgan (to'g'rilangan) qiymati esa bularning farqi ko'rinishida topiladi.

**Nurling yutilishi.** Atomizatorda bo'lgan molekulalar va mikroskopik zarrachalar, atomlarning ingichka yutilish chiziqlarining ustiga tushuvchi (qoplovchi), keng polosali yutilish spektrlariga ega. Atomlar yutilish chiziqlarining va fon yutilish polosalarining kengliklari orasidagi keskin farqni fon nurlari yutilishini kompensatsiyalash uchun ishlatish mumkin. Buning uchun atomizator chiziqli spektr manbai bilan bir vaqtda uzluksiz spektr manbai (odatda, deyteriy lampasi) bilan ham yoritiladi. Monoxromatik bo'lмаган deyteriy lampasining nurlari amalda erkin atomlar tomonidan yutilmaydi, ammo, fon tomonidan yutiladi. Asbobning elektron sistemasi ikkala yorug'lik manbaidan kelayotgan signallarni ajratadi (buning uchun, masalan, ularni har xil chastotalar bilan modulyatsiyalash usulini ishlatish mumkin) va o'lchangan fon yutilishiga avtomatik ravishda tuzatish kiritadi. Bu yo'l bilan, fonning yutilishini optik zichlikning 0,2 birligigacha kompensatsiyalash mumkin. Bu usulda deyteriy lampasi ishlatilgani uchun u, fanni deyteriy bilan tuzatish nomini oldi.

### **Atom-absorbsion tahlilda uchraydigan xatoliklar.**

Atom-absorbsion tahlilda fizika-ximiyaviy xatoliklar atom-emission

spektroskopiyada qanday bo'lsa xuddi shunday tabiatga egadir. Bu yerda ham asosiy xalaqit beruvchi effektlar atomlash va ionlashtirishning chalaligidir. Xatoliklar bilan kurash usullari ham o'xshashdir. Bu asosan, atomlash uchun zarur bo'lgan temperatura maromini sozlash va spektroskopik buferlardan foydalanishdir. Bundan tashqari elektrotermik atomizatorli atom-absorbsionda fizika-ximiyaviy xalaqitlar bilan kurashning eng samarali usuli atomizator temperaturalarini rejorashtirishdir. Bu o'z navbatida usulning tanlab aniqlash qobiliyatining oshishiga sabab bo'ladi.

Atom-absorbsion tahlilda ko'pchilik elementlar uchun sezish chegarasi alanga atomizatori bilan  $10^{-6}$  -  $10^{-4}$  va elektrotermik atomizator bilan esa  $10^{-9}$  -  $10^{-7}$  massa % ni tashkil qiladi. Atom-absorbsion atom-emission spektroskopiyaga qaraganda ancha sezgirdir. Buning sababi, atom-absorbsion analizda analistik signalni asosiy holatda turgan atomlar, atom-emission spektroskopiyada esa qo'zg'algan holatda turgan atomlar hosil qilishidadir, chunki, atomlarning asosiy qismi qo'zg'almagan juda oz qismi esa qo'zg'algan holatlarda bo'ladi. Atom-absorbsion analizda aniqlanadigan kontsentratsiya oralig'i yetarli darajada aniqlik bilan o'lchash mumkin bo'lgan analistik signalning (optik zichlikning A) kattaligi bilan cheklanadi. Odatda, qiymatlarning o'zgarish oralig'i bir necha yuzdan birdan to 0,5 - 1,2 gacha optik zichlik birligini tashkil qiladi.

Shunday qilib, atom-absorbsion tahlil bilan aniqlanadigan miqdor oralig'i 1 - 2 tartib kattalikdan oshmaydi. Optik zichlikning kichik qiymatlarini o'lchash muammosi uni o'lchash usuli bilan ya'ni, namunaga tushayotgan unda yutilgandan so'ng chiqayotgan yorug'lik intensivliklarining farqini aniqlash bilan bog'liq. Optik zichlikning kichkina qiymatlarida bu farq juda kichik xato esa juda katta bo'ladi. Optik zichlik qiymati yuqori bo'lgan qismlarda xatoliklar asosan yorug'lik yutilishining asosiy qonunidan chetlanish bilan bog'likdir. Bu chetlanishlarni esa manbadan kelayotgan yorug'likning etarli darajada monoxromatik emasligi, sochilgan yorug'likning ta'siri, shuningdek, yutuvchi muhitning bir xil zichlikka ega emasligi (atomizatorning turli qismlarida atom bug'i har xil kontsentratsiyaga ega) keltirib chiqaradi.

Miqdoriy aniqlash oralig'ining kichikligi atom-absorbsion analizning eng katta kamchiligi hisoblanadi. Atom-absorbsion tahlilda tanlash (selektivlik) ham atom-emission spektroskopiyaga qaraganda ko'pincha yuqori bo'ladi. Atom-absorbsion analizning bu xususiyati spektral chiziqlarning ustma-ust tushishi, bir-birini qoplashi hech qanday amaliy rol o'yamasligi bilan tushuntiriladi.

Atom-absorbsion tahlilda tanlash, asosan, optik xalaqitlar bilan emas balki, fizika-ximiyaviy tabiatga ega bo'lgan xalaqitlar bilan cheklanadi.

Atom-absorbsion tahlilning asosiy kamchiligi, ko'p elementli analizni amalga oshirishni qiyinligidadir, chunki, xar bir element uchun o'zining yorug'lik manbai zarurdir. Xuddi shu sababga ko'ra atom-absorbsion sifat analizi o'tkazish uchun yaroqsizdir (qo'llab bo'lmaydi).

**Miqdoriy tahlil.** Atom-absorbsion usuli ko'pchilik metallarni alohida-alohida aniqlash uchun eng sezgir va qulay usullardan biridir. Atom-absorbsion tahlilda miqdoriy tahlil qilish uchun tashqi standartlar (darajalash grafigi), va qo'shimcha qo'shish usullari ishlatiladi. Ichki standart usuli atom-emission spektroskopiyadan farqli atom-absorbsion analizda qo'llanilmaydi, sababi atom-absorbsion ham aniqlanayotgan, ham ichki etalonga taalluqli ikki elementning analitik signallarini bir vaqtida o'lchashga imkon bermaydi. Yuqorida aytilganiday, atom-absorbsion analiz bir elementli analiz usulidir. Atom-absorbsion tahlilda qo'shimcha qo'shish usuli ayniqsa keng ishlatiladi. Bu, atom-absorbsion usulda xalaqitlar asosan, fizika-kimyviy tabiatga ega ekanligi bilan bog'liqdir. Bundan tashqari atom-absorbsion asosan, eritmalarini analiz qilish usulidir. Eritmalar uchun qattiq jismlardan farqli qo'shimcha qo'shish usulini oson amalga oshirish mumkin.

### **Temir spektirini suratga olish va trganish.**

#### **Kerakli asbob-uskunalar:**

1. Spektrograf;
2. Plastinka;
3. Linzalar;
4. Temir elektrod.

## **Nazariy qism.**

Yorugiikning ko‘zga ko‘rinadigan va ultrabinafsha sohalarida joylashgan temirning spektrida qariyb 4700 chiziq bor. Bu chiziqlar fotografik usul bilan qayd qilinadigan spektrning hamma qismida deyarli bir tekis joylashgan. Buning ustiga temirning spektri yaxshi o‘rganilgan, chiziqlarning toiqin uzunliklari yetarli darajada aniq oichangan. Shuning uchun sifat analiziga tegishli masalalarni yechishda, ya’ni chiqarish spektrlaridagi chiziqlarning qaysi elementlarga tegishli ekanligini aniqlashda temir spektri toiqin uzunliklari shkalasining etaloni vazifasini o‘tashi yuqorida ko‘rsatilgan edi. Fotografik plastinkaga temiming spektrini tushirish uchun, eng avvalo, spektrografda ishslash, plastinkaga tushirilgan spektrning suratini ochiltiruvchi va mustahkamlovchi eritmalar tayyorlash hamda ulardan foydalanishni bilish kerak. Spektrografning yo‘naltiruvchi temir yoiiga uch linzali yoritish sistemasi o‘rnataladi. Linzalarni kirish tirkishidan qanday masofada joylashtirish spektrografning turiga bog‘liq. Odatda kirish tirkishining kengligi 0,010—0,015 mm, balandligi esa Gartman diafragmasi yordamida 2 mm qilib o‘rnataladi. Qo‘zg‘atish manbasining shtativga to‘g‘ri ulanganini tekshirib ko‘rish orqali tegishli rejim tanlanadi. Yoy rejimi tanlanganda, tok kuchi 5—6 A, elektrodlar orasidagi masofa 2,0—2,5 mm, uchqun rejimi tanlanganda, kondensatorning sig‘imi 0,01 mkF, induktivlik 0,01 mk/Gn, elektrodlar oralig‘i 2 mm qilib o‘rnataladi.

Temir elektrodlami shtativga o‘rnatib, generatori yoy rejimida qisqa muddatga ulash orqali elektr sxemasining to‘g‘riliqi tekshirib ko‘riladi. Shu bilan bir vaqtida spektrograf tirkishining tekis yoritilayoganligi tirkish qopqog‘ining kesishgan (krest) chiziqqa tushayotgan yorug‘ dog‘i orqali tekshirib ko‘riladi. Zarurat tug‘ilganda yorug‘lik manbai va yoritish sistemasi yustirovka qilinadi. Shuningdek, yoy ishlab turgan vaqtida kasseta qo‘yiladigan tomondan spektrografga lupa bilan qarab kirish tirkishining tozaligi tekshiriladi. Agar tirkishga yirik chang zarrasi tushgan bo‘lsa, u spektning barcha qismini kesib o‘tuvchi ingichka qora chiziq (yo‘lak) shaklida ko‘rinadi.

Fotoxonada kuchsiz qizil lampa yorug‘ida spektrografning kassetasiga

fotoplastinka o'rnataladi. Fotoplastinkaning o'lchami kassetadagi ramkaning o'lchamidan kam bo'lganda, spektrning suratga olish mo'ljallanayotgan qismi kasseta o'rnataladigan ramkaning chap yoki o'ng chetiga siljitaladi va kassetaning aynan shu qismiga fotoplastinka qo'yiladi. Fotoplastinkaning yorug'likka sezgir modda surtilgan tomoni spektrografning ichkarisiga, ya'ni spektrga ajralgan yorug'lik kelayotgan tomonga qaratib o'matiladi. Plastinkaning emulsiya surtilgan tomoni biroz notekis, emulsiyasiz tomon esa silliq bo'ladi. Buni plastinkaning bir chekkasini toza barmoq bilan paypaslab ushlab ko'rib, sezish mumkin. Fotoplastinkani har doim qirrasidan ushslash kerak, aks holda barmoq izlari spektr tasvirini buzadi. Ba'zi plastinkalar yorug'likning qizil sohasiga ham sezgir bo'ladi. Bunday plastinkalarni faqat qorong'u joyda kassetaga o'matish mumkin. Kassetaning qora rangli qopqog'i yopilgan bo'lishi kerak.

Fotoplastinka qo'yilgan kasseta spektrografga o'rnataligandan keyin spektrografning tirqishini ochib kassetani siljitmasdan Gartman diafragmasi yordamida temirning spektrlari tushirib olinadi. Plastinkaga yorug'likni tushish, ekspozitsiya vaqt 4—15 sekund qilib olinadi. Suratga olish tugagandan so'ng kassetaning qora qopqog'i yopiladi va spektrografdan yechib olinadi. Spektr tushirilgan plastinka fotoxonada kassetadan olinadi. Plastinkaning rasmlitomoni yuqoriga qaratib qo'yiladi va rasm ochiltiruvchi eritma quyilgan vannaga solinadi. Ochiltirish jarayonida eritmani bir tekis qo'zg'ab turish kerak. Shuni alohida ta'kidlab o'tish kerakki, fotoplastinkani ochiltirish vaqtida vannani qo'zg'atib turish hamma vaqt ham kutilgan natijani beravermaydi. Plastinkaning emulsiya chegarasidagi qismida ochiltiruvchi eritmaning konsentratsiyasi pasaysa-da, u emusiya bilan mustahkam bog'langan bo'ladi. Yupqa porolon (yoki rezina) tasmadan tayyorlangan chyotkani qattiq bosmasdan plastinka ustida sekin yuritib turish ochiltirishning tekis boiishini ta'minlaydi. Ochiltirish vaqtida eritmaning temperaturasi 18—20 °C atrofida boiishi kerak. Ochiltirish vaqt 4—6 daqiqa boiib, odatda, u fotoplastinkaning qutisi yoki eritmaning yo'riqnomasida yozilgan boiadi. Ochiltirilgan plastinka suv bilan yuviladi va emulsiyaning yorugiik tushmagan joylaridagi AgBr kristallarini ketkazish uchun mustahkamlaydigan eritma solingen

vannagao‘tkaziladi. Fotoplastinkaning yuzasidan ochilmagan AgBr kristallari toiiq ketmaguncha eritmada saqlanadi. Jarayon tugagach, fotoplastinka 15—20 daqiqa davomida suv bilan yuviladi. Suv bilan yuvganda mustahkamlovchi eritmadan o‘tgan hamma eriydigan tuzlar plastinkaning yuzasidan ketadi. Yuwilgan plastinka changdan xoli boigan joyda quritiladi. Plastinka quritilayotgan muhitning harorati 40 °C dan oshmasligi kerak.

Temir spektrini o‘rganish uchun plastinka spektroprojektorning buyum stolchasiga emulsiya tomoni yuqoriga qaratib o‘rnataladi. Agar plastinka to‘g‘ri o‘rnatalgan bois, uning uzun toiqinli chiziqlari joylashgan qismi o‘ng tomonda boiadi. Obyektiv fokuslanadi va ekranda spektral chiziqlarning tiniq tasviri hosil qilinadi. Spektrni o‘rganish undagi esda qoladigan xarakteristik gruppalaridan, masalan, toiqin uzunligi 3016,3-3021,1 A yoki 2598,4-2599,5 A boigan chiziqlardan boshlanishi maqsadga muvofiqdir. Bu ish ekrandagi spektrning tasvirini spektral atlasning tegishli planshetidagi spektrning tasviri bilan taqqoslash orqali amalga oshiriladi. Planshet ekranga shunday qo‘yiladiki, undagi chiziqlar ekrandagi chiziqlar bilan ustma-ust tushsin. Odatda, ekranning o‘rtasida taxminan 6—8 sm oraliqda ustma-ust tushish kuzatiladi. Shunday yo‘l bilan 10 ga yaqin chiziqning toiqin uzunligi topiladi. Plastinkadagi spektrlardan foydalanib, spektrografning teskari chiziqli dispersiyasi va ajratib ko‘rsata olish qobiliyatini topish mumkin.

### **Ishni bajarish tartibi.**

Spektrograf ishga tayyorlanadi (uch linzali yoritish sistemasi joyiga o‘rnataladi, temir elektrodlari tozalanadi va shtativga o‘rnataladi, generatorning yoy rejimi tanlanadi, tirqish kengligi 0,015 mm qilib, unga Gartman diafragmasi o‘rnataladi). Fotoplastinkani ochiltiruvchi va tasvimi mustahkamlovchi eritmalar tayyorlanadi. Fotoxonada kassetaga fotoplastinka joylashtiriladi va u spektrografga o‘rnataladi. Navbat bilan t irqish 5,10, 15 va 20 sek mobaynida ochib plastinkaga spektr tushiriladi. Olingan spektr tegishli eritmarda ochiltiriladi va mustahkamlanadi. Plastinkadagi spektrdan spektral atlas yordamida xarakteristik gruppalarga tegishli 10 ta chiziqning to‘lqin uzunligi topiladi.

### **Hazorat savollari:**

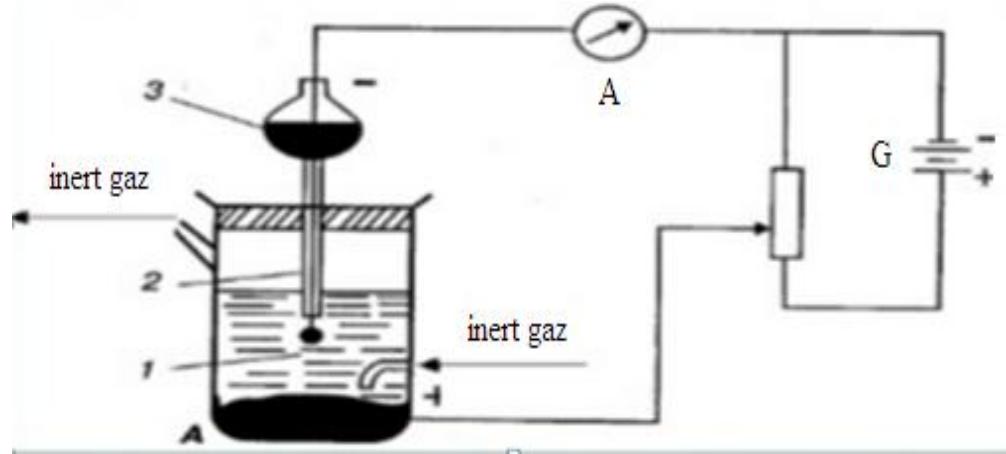
1. Spektroskopik tahlil usullari tasnifi nimadan iborat?
2. Atom-absorbsion spektral tahlil nimani o'lchashga asoslangan?
3. Atom-absorbsion tahlilda qaysi xatoliklar uchraydi?
4. Molekulyar ishlataladigan radiatsiya manbalarining tavsifini bering.

## **2.7. POLYAROGRAFIK USUL**

Polyarografik usul- tekshiriluvchi moddaning elektroliz jarayonida qaytarilishi yoki oksidlanishi natijasida hosil bxladigan tok kuchini ızlhashga asoslangan elektrokimyoviy tahlil usulidir. Moddaning elektrolizi jarayonida hosil bıxladigan elektr tokining yacheykaga tasir ettirilgan kuchlanishga bog'liqligi voltamper grafigi tarzida ifodalanib, polyarografik to'lqin deyiladi.

Polyarografiya analizini 1922-yil YA. Geykovskiy kashf etgan va hozirgi paytda u moddalarni fizik kimyoviy taxlil va tadqiq qilishda keng miqyosda qo'llaniladi. Polyarografik usul kimyoda har xil organik moddalarning sifat miqdoriy tahlilida eng muhim zamonaviy usullardan hisoblanadi. Mazkur "polyar" "qutb" degani. Elektrokimyoviy analiz usulida "*qutblanish*" jarayonlaridan foydalaniladi. Poyarografik analiz usuli elektrolit eritmalarudan elektr toki o'tkazilganda eritmadi kimyoviy modda molekulalarining qutblanishini o'rganishga asoslangan bo'lib, unda elektrodlar simob ustunlar ishlataladi.

Elektroliz boshlanishida elektrodlarga beriladigan sekinlik bilan ortib boruvchi kuchlanish ta'sirida tok kuchi juda oz ızgarib bu volt amper grafigida „qoldiq tok" deyiladi (2.26-rasm). Taxlil qilinayotgan moddaning qaytarilish potensiali qiymatida tok kuchining keskin ravishda ortishi kuzatilib, bu tok „**tok ortishining chegara qiymati**" deyiladi.



**2.26-rasm.** Polyarograning tuzulish sxemasi

1-tekshiriluvchi eritma; 2-tomchi mikroelektrod; Simob solingan idish; A-ampermetr; G-galvonometr.

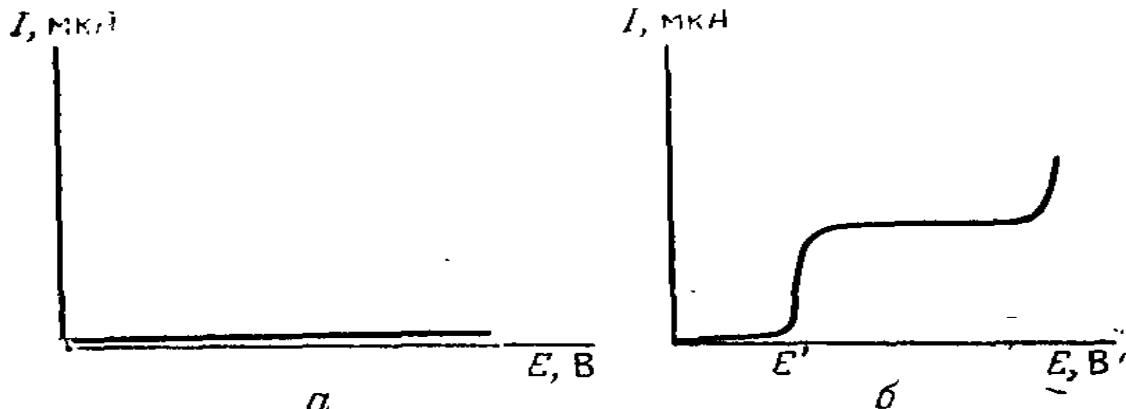
Katod polarizatsiyasi bilan kichik katod va katta anod mavjud sirt. Zichlik oqim katod va nisbatan kattaroqdiranodda juda kichik. Tomonidan kiritilgan kuchlanish polarizatsiyaga sarflanadi. Katod va oqimning eritma orqali o'tishi. Amaliy anod polarizatsiyalanmagan, anod polarizatsiya holatida, aksincha, kichik sirtli anod va katta sirtli katod ishlataladi. Bunday holda, polarizatsiya anodda paydo bo'ladi va katod deyarli polarizatsiyalanmaydi.

Vaqtni doimiy oshirish, elektrod salohiyatini oshiramiz. Qayta tiklanishi mumkin bo'lgan ionlar yo'q bo'lganda, oqim hozirda deyarli o'tmaydi.  $I - E$  bunday holda u  $X$  o'qi bilan parallel ravishda tekis chiziq shakliga ega bo'ladi (2.27-rasm).

Qayta tiklanishi mumkin bo'lgan eritmada ionlar mavjud bo'lsa, unda ma'lum bir potensialga erishganidan so'ng,  $E$  pasayishi potensiali deb ataladigan bo'lsak, ionlar oqimga kira boshlaydi, oqim hal qilib o'tadi. Bunday holda simob katalodiga yaqin eritma tezlik bilan ionlarga tushadi va konsentratsiyali polarizatsiya paydo bo'ladi.

## 2.27-rasm. Polarografik chiziqlar

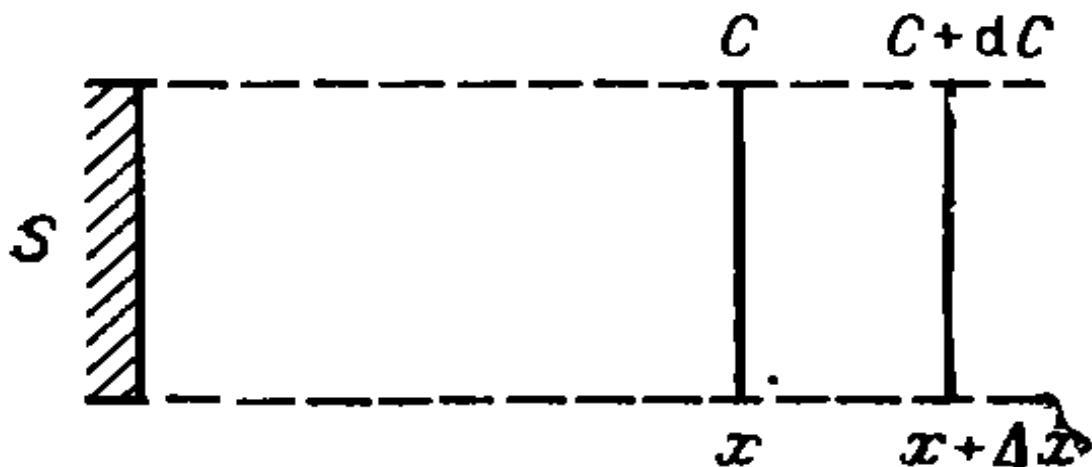
Katodning sirtidagi ion konsentratsiyasi doimo deyarli nolga aylanmaguncha doimiy ravishda pasayadi. Eritma chuqurligidagi ionlarning kontsentratsiyasi barqaror qoladi. Yangi miqdorda ionlar elektrodsirtiga diffuziya bilan yetkaziladi.



Diffuziya darajasi kontsentratsion farqi bilan mos keladi, bu eritma chuqurligidagi ionlarning konsentratsiyasiga teng. Natijada, ortib borayotgan xarakati oshmagan chekllovchi yoki diffuziya oqimi bu yechim orqali o'tadi. Endi  $I - E$  egri chiziqda bosqichi yoki, to'lqin deyiladi.

Potentsiyani ma'lum bir elektrod turiga nisbatan qo'llanganda paydo bo'ladigan oqimlarni tadqiq qilishda turli xil oqimlarga duch kelamiz: kondansator yoki kondansativ, maksimal, migratsiya, kinetic va diffusion oqim. Elektrodda ionlarni qayta ishslash jarayoni quyidagi bosqichlarda bo'lishi mumkin:

- 1) kamaytirilgan ionning elektrodga tarqalishi;
- 2) yaqin-elektrod qatlamida ionning kamayishi;
- 3) elektrod ichidagi kamaytirilgan ionning tarqalishi.



**2.28-rasm.** Diffuzion jarayonining sxemasi.

Elektroliz sharoitiga qarab, ushbu jarayonlarning ba'zilari katta rol o'ynaydi, boshqalari esa kichik rol o'ynaydi. Masalan, oddiy elektrotlar yordamida oddiy elektrotlar ishlataladi. Elektrod ichidagi harorat diffuziyasi deyarli yuzaga kelmaydi.

Shartlar ancha murakkab foiz ushbu tarqalish bu holda sodir bo'ladi. diffuziya emas, balki simobning sirt qatlamini diffuzli ionlarga nisbatan o'sishi natijasida ham harakat qiladi (2.20-rasm). Bu holda Fikning ikkinchi qonuni qo'yidagi tenglama bilan ifodalanadi:

$$\frac{dC}{d\tau} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + \frac{2}{3} \frac{x}{\tau} \frac{\partial C}{\partial x} \quad (1)$$

Xuddi shu chegara sharoitida ushbu tenglamani echish va toming sirtini massa m bilan birikish vaqtini birlashtirib, Ilkovichning tenglamasini qo'lga kiritamiz.

Bir simobli tomchi elektrod uchun diffuziya oqimi tenglamasi (Ilkovich tenglamasi):

$$I_{\text{пред}} = 0,732 ZFC D^{1/2} m^{2/3} \tau^{1/6} \quad (2)$$

Uning inertligi tufayli galvanometr Limitning oqimining qiymatini emas, balki 6/7 qiymatini ko'rsatmaydi va F qiymatini o'rnni egallashini hisobga olamiz:

$$I_{\text{пред}} = I_d = 605 ZCD^{1/2} m^{2/3} \tau^{1/6} \quad (3)$$

bu erda,  $I_d$  - diffuziya tokining kuchi, mkA (mikroamper -  $10^{-6}$  A);

$Z$  - kichraygan ionning valentidir;

$C$  - kontsentratsiyasi, mmol / l;

$D$  - diffuziya koeffitsienti,  $\text{sm}^2\text{-s}^{-1}$ ;

$m$  -  $I$  ning kapillyaridan oqadigan simob massasi, mg;

$\phi$  - tomizish hosil bo'lish vaqt, s.

Ilkovichning tenglama qiymatini aniqlash eng murakkab  $D$ -Diffuziya koeffitsienti hisoblanadi. Uning qiymati nafaqat diffusion ionning tabiatini, balki eritma ichidagi begona elektrolitlarning mavjudligi bilan bir qatorda boshqa tomondan ham bog'liq; va boshqa omillar.

Elektrokimyoviy ma'lumot asosida hisoblangan va polarografik ratsion bilan tasdiqlangan diffuziya koeffitsientlarining qiymatlari quyida keltirilgan:

Ion

	$\text{H}^+$	$\text{Tl}^+$	$\text{K}^+$	$\text{Pb}^{2+}$	$\underbrace{\text{Cd}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Ni}^{2+}}$	
	9,34	2,00	1,98	0,98	0,72	0,69
	$\text{OH}^-$	$\text{Cl}^-$	$\text{NO}_3^-$	$\text{SO}_4^{2-}$	$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$	
	5,23	2,03	1,92	1,08		0,89

Atrof muhitga bog'liq holda diffuziya koeffitsientlari ancha keng chegaralarda o'zgarishi mumkin.

Misol uchun,  $\text{Cu}^{2+}$  ionining tarqalish koeffitsientlari:

Mahsulot	0-105
Neytral.....	0,714
Gidroxlorid.....	0,733
Ammiak.....	0,885

Ilkovich tenglamasida (6) ba'zi bir omillarga qarab, bir nechta sabablarni qayd etish mumkin.  $Z$  va  $D$  elementlari qayta tiklanadigan ionning tabiatiga, ishlataladigan elektrod xususiyatlarining m va t sabablariga va nihoyat, ayrim hollarda polar dasturni olib tashlash sharoitlarini tavsiflovchi atama diffuziya oqimi tenglamasiga kiradi. Shunday qilib, har qanday sharoit va elektrodlar uchun diffuzion oqimining tenglashishini quyidagi ifoda bilan ifodalanish mumkin:

$$I_d = K_1 K_2 K_3 C \quad (4)$$

bu erda,  $K_1$ - polarlangan ionning xususiyatlarini xarakterlovchi element;  $K_2$  - elektrod xususiyatlarini xarakterlovchi element;  $K_3$ - polarogramni olib tashlash uchun sharoitlarni tavsiflovchi element hisoblanadi.

Misol uchun, birlashtirilgan aylanadigan simobli tomchi elektrod uchun, diffuziya oqimi tenglamasi shaklga ega

$$I_d = 1714 Z D^{1/2} (m\tau)^{1/2} u_0^{1/2} C \quad (5)$$

bu yerda,  $u_0$ - elektrod sirtidagi eritmaning linyadagi tezligi.

Platinum aylanadigan mikrodisk elektrod uchun bu tenglama quyidagi shaklni oladi:

$$I_d = 0,62 F Z D^{2/3} \omega^{1/2} S v^{-1/6} C \quad (6)$$

bu yerda,  $S$  - elektrod maydoni;  $\omega$  - soniyasiga inqilob soni;  $v$ - eritma yopish-qoqligidir.

(1) va (2) formulalarida,  $Z$  va  $D$  lar  $K_1$  koeffitsientini shartlari,  $m\phi$  va  $\omega$ - $K_2$  shartlari va  $u_0$  va  $v$ - $K_3$

**Polarografik to'lqin tenglamasi.** Polarografik tekshiruvda juda muhim ahamiyatga ega bo'lgan, o'tkazib yuborilgan oqim kuchi bilan qo'shib qo'yilgan kuchlanish (elektroenergiya potentsiali) bilan bog'liq bo'lgan polarografik to'lqinning tenglama. Nernst tenglamasini elektrodda hosil bo'lgan teskari, elektrokimyoviy jarayonga qo'llash:



tenglikdan

$$E = E^\circ - \frac{RT}{2,3ZF} \lg \frac{C_{BoC}}{C_{0K}} = E^\circ - \frac{RT}{2,3ZF} \lg \frac{C_a^\circ}{C_s^\circ} \quad (7)$$

$C_a^\circ$  va  $C_s^\circ$  - elementlar konsentrasiyalari.

Odatdagidek, eritmada ionning harakati va amalgamdagи metalllar tengdir. Har qanday tortishish ya'ni polarografik egrilikning har qanday nuqtasi uchun, kontsentratsiyalar uzatiladigan oqim kuchiga bog'liq bo'lishi mumkin. Bunday holatda, oqim kuchi kamaytirilgan ionning kontsentratsiyasiga to'g'ri keladi:

$$I = K_s (C_s - C_s^\circ) = K_a C_a^\circ \quad (8)$$

bu yerda,  $C_a$ - butun eritma hajmidagi ion konsentratsiyasi.

Cheklovchi oqim uchun, barcha tarqoq ionlar qayta tiklanganida aniqlanadi:

$$I_d = K_s C_s \quad (9)$$

Oxirgi ikkita tenglamani birlashtiramiz

$$I = I_d - K_s C_s^\circ \quad \text{va} \quad C_s^\circ = \frac{I_d - I}{K_s} \quad (10)$$

Ushbu qiymatlarni Nernst tenglamasiga almashtiramiz

$$E = E^\circ - \frac{RT}{2,3ZF} \lg \frac{\frac{i}{K_a}}{\frac{i_d - i}{K_s}} = E^\circ - \frac{RT}{2,3ZF} \lg \frac{K_s}{K_a} - \frac{RT}{2,3ZF} \lg \frac{I}{I_d - I} \quad (11)$$

Bo'nda

$$I = \frac{1}{2} I_d: \quad (12)$$

$$\lg \frac{I}{I_d - I} = 0 \quad \text{va} \quad E_{1/2} = E^\circ - \frac{RT}{2,3ZF} \lg \frac{K_s}{K_a} \quad (13)$$

Ushbu ikki tenglamani birlashtirib, Heyrovskiy-Ilkovich polarografik to'lqinining tenglamasini yozamiz:

$$E = E_{1/2} - \frac{RT}{2,3ZF} \lg \frac{I}{I_d - I} \quad (14)$$

bu yerda,  $E$ - polarografik to'lqinining har qanday nuqtasidagi potentsiali;

$E_{1/2}$  - bu nuqtada oqim kuchi;

$I$  - yarim to'lqinlar potensiali;

$I_d$  - cheklangan diffuzion oqimi.

Tenglamalarni hisobga olgan holda yanada aniqroq derivat bilan biz oxir-oqibat xuddi shu tenglamaga yetamiz. Qaytarilmaydigan jarayonlar uchun (masalan, agar regenerator metal simobda yoki elektrod materiallarida oqilonabo'lmasa) qattiq elektrodlarda tuzatilganda xuddi shunday tenglama xosil bo`ladi:

$$E = E_{1/2} - \frac{RT}{2,3ZF} \lg (I_d - I) \quad (15)$$

ammo  $E_{1/2}$  ning miqdori doimiy emas, balki konsentratsiyaga bog'liqligidir

$$E_{1/2} = E^\circ + \frac{RT}{2,3ZF} \lg \frac{C_s}{2} \quad (16)$$

Eritmada kimyoviy reaksiya paydo bo'ladigan murakkab jarayonlar uchun Heyrovskiy - Il'kovich formulasi quyidagicha yoziladi:

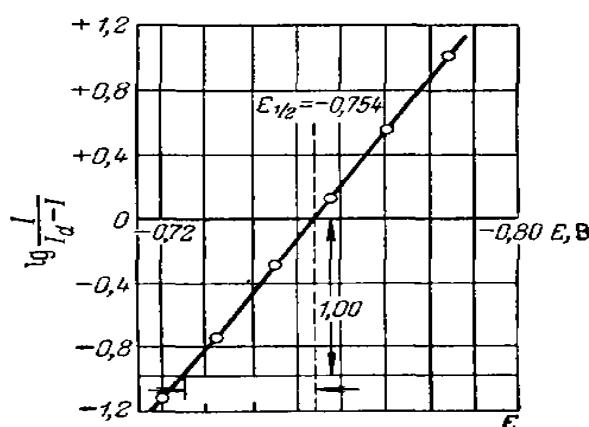
$$E = E_{1/2} - \frac{RT}{2,3aZF} \lg \frac{I}{I_d - I} \quad (17)$$

bu yerda 6-jarayonning qaytarilmaslik darajasini ifodalovchi koeffitsient.

Yuqoridagi tenglikda  $RT / 2,3 F$   $18^\circ C$  da 0,05 ga teng. Keyinchalik bu koeffitsientdan foydalaniladi.

**Yuqori sifatli polarografik tahlil.** Qayta tiklanadigan ionning tabiatini uning yarim to'lqin potensiali bilan tavsiflanadi. Yuqoridagilardan ko'rinish turganidek, reversal jarayonlarda u ionning tabiatiga bog'liq bo'lgan doimiy qiymatdir.

Yarim to'lqinlar salohiyati - o'rta polarografik to'lqinlarning salohiyati bo'lib, u ionning kontsentratsiyasiga bog'liq emas va u faqat tabiatiga bog'liq.



**2.29-rasm.** Yarim to'lqinning potentsialini aniqlash uchun grafik.

Yarim to'lqinlar potentsialining aniq belgilanishi, odatda, oqim kuchlanishining egri emas, balki hisoblash yo'li bilan amalga oshiriladi. Buni amalga oshirish uchun, polarografik to'lqinning paydo bo'lishi joyida, diffuzion oqimining I kuchi turli potensiallidir  $I / (I_d - I)$  va uning logaritmi  $I_d$ -maksimal diffuzion oqim). Vaqt kelib, bu juda aniq yarim to'lqinning potensialidir,  $I = (I_d / 2)$  bo'lsa, bu nisbat o'zgaradi biriga teng va uning logarifmi nolga teng. Tuzilishi  $\lg I (I_d - I) - E$ , biz E ning qiymatini kesishish sifatida qabul qilamiz, eksa- E bilan tekis chiziqni qo'lga kiritamiz (2.29-rasm). Buning to'g'ri burchagi kamaytirish uchun ionning valentligi bilan belgilanadi. Ajoyib tegib turgan burchakka teskari Ikkivalent nonslar uchun Bivalent tolalar uchun trialsiz ionlar uchun. Boshqa haroratlarda to'g'ri kelishi kerak tahrir. Ishda ko'rsatilgan guruch , qiymati teskarito'g'ri burchakka tegadigan,  $(0.0298 / 1) 0,0298$  ga tengdir. Ikkinchisini tiklashga chaqiradi valent ioni faqat reversal jarayonlar uchun kamaytirish yoki oksidlanish.Qaytarilmaydigan elektrod uchun ushbu qiymatlar, berilgan qiymatlardan katta.

Yarim to'lqin potentsialining qiymati eritmada mavjud bo'lgan ionlar sifatini xarakterlash uchun xizmat qiladi, shuning uchun sifatli polarografik tahlil yarim to'lqin potensiallarini aniqlashga asoslangan.

Yarim to'lqinlar potensiali kuchli muhitga bog'liq. Masalan, qo'rg'oshinuchun yarim to'lqin potensiali:

Neytral muhitda -0.40 V

Taqratli muhitda - 0,60 V

Sianid muhitida -0.73 V

Ushbu potentsial siljish ionlarning alohida belgilanishida keng qo'llaniladi. Masalan, neytral muhitda sink va nikelning yarim to'lqin potensiallari deyarli bir xil: sink uchun,  $E_{1/2} = -0.97$  V; nikel uchun,  $E_{1/2} = -1.10$  V, shuning uchun polarografik usulda ularning birgalikda mavjudligini aniqlash mumkin emas. Ammiak muhitida yarim to'lqin potensiali o'zgaradi ∴ Nikel uchun  $E_{1/2} = -1,02$  V , sink uchun  $E_{1/2} = -1.36$  V, va bu ionlarning ajratilishi juda muhim.

Shu sababga ko'ra, bir nechta boshqa kationlarning birgalikda mavjudligini aniqlash mumkin emas. Misol uchun, qo'rg'oshin( $E_{1/2} = -0,40$  V), qalay ( $E_{1/2} = -0,47$

V) va tallium ( $E_{1/2} = 0,48$  V); marganets ( $E_{1/2} = -1.50$ V), alyuminiy ( $E_{1/2} = 1.70$ V) va vodorod ( $E_{1/2} = -1,60$ V).

Qattiq elektrodlardan foydalanganda yuqoridagi munosabatlar doimo kuzatilmaydi. Ular uchun yarim to'lqin potensialining qiymati doimiy emas va konsentratsiyaning o'zgarishi bilan uning o'zgarishi ro'y beradi.  $E - lg I (I_d - I)$  koordinatalarida, rektifikatsiya qilingan segmentning burchagi bilan o'zaro munosabat ko'pincha yuqorida keltirilgan qiymatlardan oshadi. Shu sababli, sifatli analiz uchun qattiq elektrodlardan foydalanish qiyin va asosan miqdoriy tahlil uchun ishlataladi.

**Sifatli polarografik tahlil.** Nomerlangan polarografik tavsiflarning asoslari yuqoridagi Ilkovich tenglamasidir:

$$I_d = 605ZD^{1/2}m^{2/3}\tau^{1/6}C$$

Diffuziya oqimining  $I_d$  qiymatini aniqlash, kapillyarlarning  $m^{2/3}\phi^{1/6}$ xarakteristikasi va jadvaldagи olingan D qiymatining o'rnini aniqlash uchun tenglama bilan aniqlanadigan ion kontsentratsiyasini hisoblash mumkin

$$C = \frac{I_d}{605ZD^{1/2}m^{2/3}\tau^{1/6}} \quad (18)$$

Afsuski polarografik usulda qo'llaniladigan diffuziya koeffitsientlari nisbatan oz miqdorda ion uchun aniqlanadi.

Agar mayda o'zgaruvchan simob ustunining balandligi bo'lsa, natijada hosil bo'lgan simobning massasi vatomchilamoq davri o'zgaradi. Natijada tenglama (18) ga ko'ra, diffuziya oqimining kontsentratsiyaga bog'liqligi o'zgarishi kerak. Matematik jihatdan, simob kolonasining balandligidagi diffuziya oqimining qaramligi tenglama bilan ifodalanadi

$$I_d = K\sqrt{h} \quad (19)$$

buyerda  $h$  –naycha ustidagi simob ustunining balandligi.

Temperaturaga diffuziya oqimi qiymati ta'sir qiladi: Ilkovich tenglamasi, D, m, va  $\phi$  hokazo. Ichiga kiritilgan qiymatlar haroratga bog'liq. Diffuziya oqimining harorat koeffitsienti kichik (taxminan 1,7% daraja). Biroq, kantitativ analizda

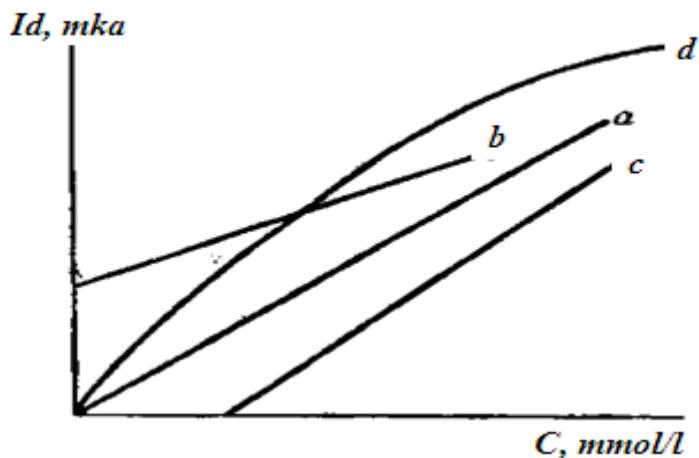
diffuziya tokini aniqlashdagi xato 1% dan oshmasligi uchun eksperimentning  $\pm 0,5$  ° C bo'lgan aniqligi bilan haroratni saqlab turish kerak. Tenglama barcha koeffitsientlari har qanday maxsus ion va kapillyar uchun doimiy qiymatlar bilan Ilkovich doimiy bo'ladi, shuning uchun tenglama (19) quuyidagicha soddalashtiriladi

$$I_d = KC$$

bu yerda

$$K = 605ZD^{1/2}m^{2/3}\tau^{1/6} \quad (20)$$

Ushbu tenglama eng keng tarqalgan Polarografik analiz usuli - kalibrlash usuli grafikalar.  $I_d$  va  $C$  orasida bino grafigini qurish orqali diffuziyaning o'lchamiga qarab konsentratsiyani aniqlang. Sionik oqim ifodalanganda odatda mikro amperlarda birlik o'lchamli bo'linmalar galvanometr yoki birlikda



**2.30-rasm.** Kalibr egri chiziqlarining turlari.

Ko'pincha bunday modda polarizan eritmada eritilgan kisloroddir. Interferentsiyani olib tashlaganidan keyin, ko'p hollarda to'g'ridan to'g'ri mutanosiblikka ega bo'ladilar. Gauge to'g'ri chiziqlar (2.30-rasm, to'g'ri chiziq c), to'g'ridan-to'g'ri nisbati buzilgan hollarda olinadi analitning past konsentratsiyasi. Katta konsentrasiyalarda olingan moddalarni polarlashda to'g'ridan-to'g'ri nisbatdan chetga chiqish past diffuzion oqimlari (2.30-rasm, egri chiziq d). Buning sababi bo'lishi mumkin yuqori konsentratsiyali regenerator moddalar kuchiga ega

diffuziya tokini faqatgina tezlikka bog'liq bo'lmaydi termoyadroviy moddalar, shuningdek, katoddagi moddalarning tiklanish tezligi ham.

To'g'ridan-to'g'ri mutanosiblikdan aniqlangan hollarda, bu o'zgaruv-chanlikning sabablarini har doim bilib olish kerak va iloji bo'lsa ularni yo'qotish kerak. Sabablari buzilgan bo'lsa to'g'ridan-to'g'ri mutanosiblik tenglamani amalga oshirishi mumkin:

$$C_x = \frac{C_{ct}}{I' (V_{ct} + V_x)} - \frac{V_x}{V_{ct}}$$

Hisoblashlarning qulayligi uchun,  $\{V_{st} + V_x\} / V_{st}$  munosabatlari 20, 10, 5, va hokazo. Masalan  $V_x = 9$  va  $V_{st} = 1$  bo'lsa,  $(V_x / V_{st}) = 9$  formula soddalashtiriladi:

$$C_x = \frac{C_{ct}}{10 \frac{I'}{I_x} - 9}$$

Ta'riflangan usullarning har biri o'zining afzalliklari va kamchiliklariga ega.

Polarografiyaning hisoblangan usuli universaldir. Shu bilan birga, polarografik sharoitlarda diffuziya koeffitsientlari uchun ma'lumotlarning etishmasligi uning foydalanishini cheklaydi. Standartlar usuli yagona ta'riflar uchun juda mos keladi. V konsentratsiya va diffuziya oqimi orasidagi to'g'ri chiziqli munosabat bo'lmasa ham, har qanday sharoitda foydalanish mumkin. Kamchiliklari - ikki yoki uch polarogramni mutlaqo bir xil sharoitlarda olib tashlash kerak.

Qo'shimchalar usuli bo'yicha ish olib borishda ikkita polarogram olib tashlanadi, undagi hisob-kitoblar biroz murakkablashadi, ammo aniqlash natijalari kapillyarning ish sharoitlariga bog'liq emas. Ushbu uslub yuqorida aytib o'tilganidek, har doim hurmat qilinmaydigan C va V o'rtasida to'g'ridan-to'g'ri mutanosiblikni talab etadi.

Kalibrash grafika usuli to'g'ridan-to'g'ri mutanosiblikka rioya qilishni talab qilmaydi va nisbatan keng kontsentratsiya oralig'ida qo'llanilishi mumkin. Buning kamchiliklari elektrodning qattiq standartlashuvi, polaraviy grafik belgilovlar o'tkazilganda doimiy muhitga rioya qilish va ta'rifning shartlarini o'zgartirganda yangi kalibrash egri chizig'ini yaratish zaruriyati.

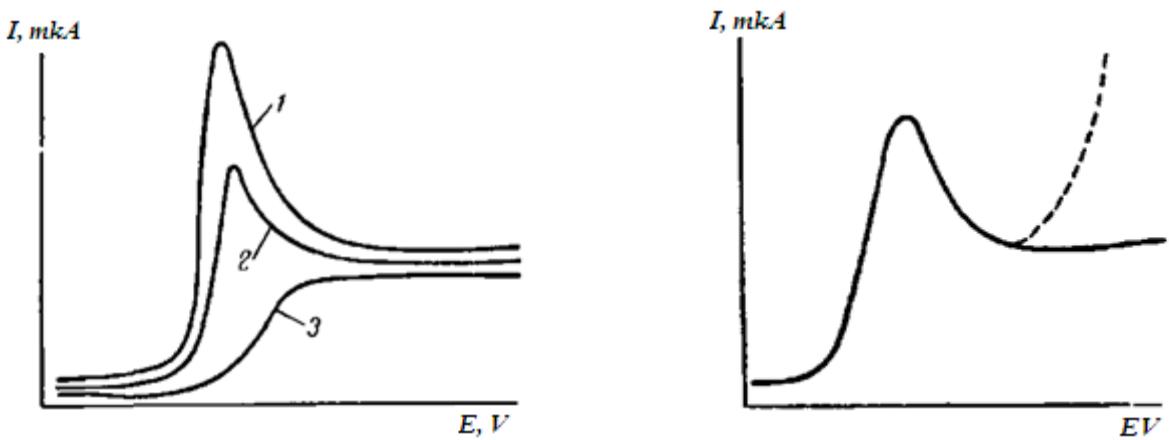
Ta'riflangan usullardan, qo'shimchalar usuli va standartlar usuli yagona hal qilish uchun juda mos, massa aniqlash uchun kalibrlash grafikasi.

Yuqorida aytilganidek, o'lchagan oqim diffuziya oqimi bo'lsa, polarogrammalar buzilishi mumkin, ammo u bir necha turdag'i oqimlardan iborat.

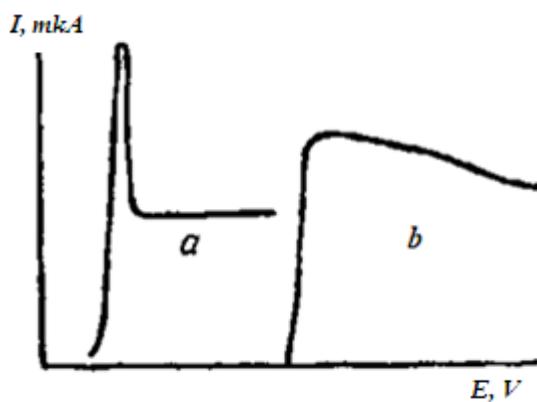
**Kondansatsiya oqimi.** Polarogrammlarni buzadigan va polarografiya qilishni qiyinlashtiradigan holatlar hujayradagi kondansator oqimining oqimi hisoblanadi. Past qismiga tushadigan kuchlanish simob tushishini polarlashtiradi. Bir tomchini ma'lum bir potentsialga zaryad qilish uchun, ba'zi narsalarni ikki barobar hosil qilish uchun iste'mol qilinadigan elektr energiyasi miqdori chegaraoshmasligi kerak. Tomchilatib elektrodida elektr qatlami – eritmada ikki barobar simob tushishi mumkin.

**Ko'chib yuruvchi oqim.** Elektrodga ionlarning kirishi nafaqat diffuziya natijasida yuzaga kelishi mumkin, balki o'rnatilgan elektr maydonning ta'siri ostida - elektr ionlarining ko'chishi ham bo'lishi mumkin. Ionlarning bu qo'shimcha harakati polarografik analizda miqdoriy qonuniyatlarni olishni qiyinlashtiradi, shuning uchun ionlarning ko`chishi kamayishi kerak. Ionlarning ko`chish harakati kamayishida eritma ionning sezilarli darajada ortiqcha salbiy potentsialga tushib ketadi va shuning uchun polarografik jarayonga to'sqinlik qiladigan ortiqcha befarq ionlarning ortiqcha miqdorini qo'shish orqali amalga oshirilishi mumkin (2.31 va 2.32-rasm).

Bevosita elektrolitlar polarografik kationlari gidroksidi va gidroksid yer metallari ionlari va anionlar - perklorat, sulfat, xlorat va sulfid ionlari bo'lgan tuzlarni qo'llash uchun juda qulaydir. Bunday tuzlar bizga jarayonlarini peklorlatlarda keng ko'lama o'rganish imkonini beradi, gidroksidli metall kationlarining o'rniga tetraalkilammoniy kationlari ishlatsa, u holda -2,6 V ga teng bo'ladi. Masalan, kuchli zararli potentsialga ega gidroksidli metallarni aniqlanish mumkin .



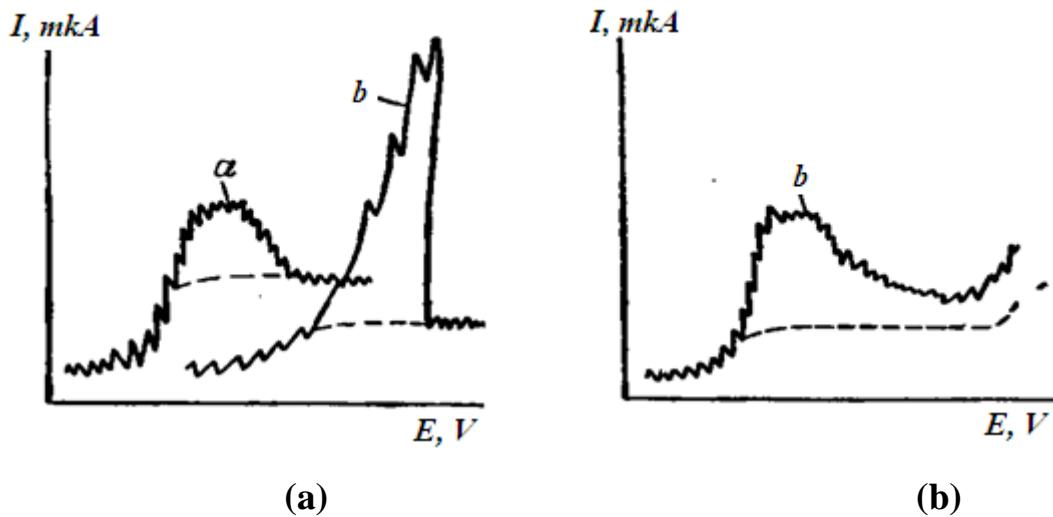
**2.31-rasm.** Maksimal polarografik chiziqlar



**2.32-rasm.** Polarografik egri chiziqlardagi birinchi va ikkinchi jinslarining maksimalligi.

Turli organik komplekslar agentliklar sifatida keng tarqalgan. Masalan, oltinni aniqlash uchun, etilendiaminning miqdori mos fonga aylanadi, uning fonida -0.02 V potensialda oltin, -0.25 da mis, -0.2 V da vismut bo'lishi kerak.

**Maksimal oqim.** Ba'zi hollarda, qadam shakliga ega bo'lgan oddiy polarografik egri chiziqlar o'rniغا, natija maksimal o'zgaruvchan egri chiziqlar chastotali kuchlanishning ma'lum bir oralig'ida bir oqim diffuziya tokidan ancha yuqori bo'lganligi sababli bo'ladi. Potensialni yanada ko'paytirganda, oqim kamayib boradi (2.33-rasm, a va b chiziqlari), ba'zida chegara diffuzion oqimiga yetib boradi. Biroq, ko'pincha maksimal tokning diffuziya tokiga o'tish bosqichma-bosqich bo'lib, polarografik to'lqinning balandligini aniqlash juda qiyin bo'ladi.



**2.33-rasm.** (a)-uchinchi jins potensial tezlikning to'g'rlanishi; (b)- turtinchijins maksimali.

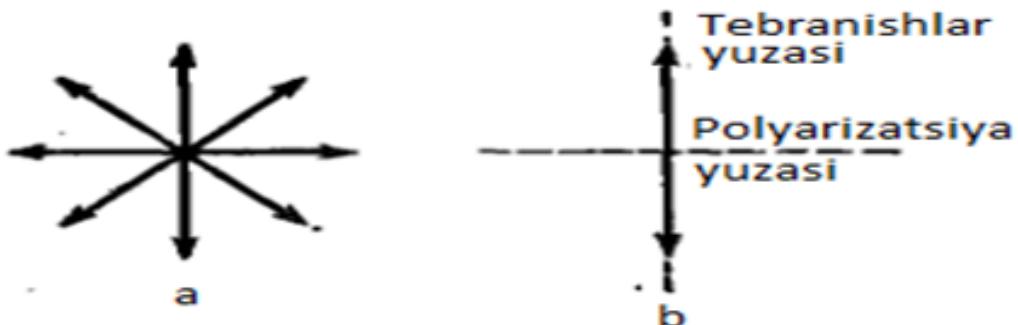
Bunday holda, miqdoriy polarografik tahlil deyarli mumkin emas. Akademik Frumkin nazariyasida maksimal hodisani to'la-to'kis tushuntiradi.Ushbu nazariyaga ko'ra, maksimal sababi - sirt zo'riqishidagi farqning ta'siri ostida yuzaga keladigan simobli tomchining sirtining harakati. Potensial va sirt tarangligi o'rtasidagi munosabatlar elektrokapilyarlarni egriligi bilan tavsiflanadi. Kuchlanish kuchayib boradigan elektrokapilyarlar egriligi maksimalgachasirt tarangligi kuchayadi - egi chizig'ining ortib borishi va past tomon harakatlanishi sodir bo`ladi.

#### Nazorat savollari:

1. Polyaerografik usul- qanaqa tok kuchini o'lchashga asoslangan?
2. Elektrodda ionlarni qayta ishlash jarayoni qaysi bosqichlarda bo'ladi?
3. Qattiq elektrodlardan foydalanganda qaysi munosabatlar kuzatiladi?
4. Polarogramlarni buzadigan va polarografiya qilishni qiyinlashtiradigan holatlar nima?

## 2.8. POLARIMETRIK USUL NAZARIYASI

Nurning elektromagnit nazariyasiga ko'ra, yorug'lik to'lqinlari ko'ndalang to'lqinlardir, ya'ni ularning tebranishlari nur yo'nalishiga perpendikulyar bo'lgan tekislikda sodir bo'ladi. Tebranishlar tabiiy nurda uning yo'nalishiga perpendikulyar bo'lgan barcha tekisliklarda sodir bo'ladi (2.34-rasm, a). Yorug'lik turli kristallar orqali o'tayotganda, ularning ba'zi panjaralari faqat ma'lum bir yo'nalishli tebranishlar nurlaridan o'tadi. Kristalldan chiqib ketgach, nurning tebranishlari faqat bitta tekislikda sodir bo'ladi. Tebranishlarifaqat bir tekislikda sodir bo'lgan nur, polarizatsiyalangan nur deb ataladi.



**2.34-rasm.** (a) tabiy va (b) polyarizatsiyalangan nurlar

Nurning tebranishlari sodir bo'lgan polarizatsion nuring tebranishlar tekisligi va unga perpendikulyar bo'lgan nuring polarizatsiya tekisligi deb ataladi (2.34-rasm b).

Barcha moddalar va eritmalar polarizatsiyalangan nurga bo'lgan munosabatiga qarab ikki toifaga bo'linishi mumkin. Yorug'lik polarizatsiyasi tekisligini o'zgartira oladigan moddalar optik jihatdan faol moddalardir; yorug'likning polarizatsiya tekisligini o'zgartira olmaydigan moddalar optik jihatdan faol emas. Polarimetrik tahlil usuli optik faol muhitdan o'tgan yorug'lik nurining polarizatsiya tekisligining aylanish burchagini o'lchashga asoslangan. Polarizatsiyalangan nurni anizotropik — optik faol muhit orqali o'tayotganda ikkita ta'sir paydo bo'lishi mumkin:

- 1) tebranish yo'nalishini o'zgartirish ya'ni polarizatsiya tekisligining aylanishi;
- 2) yassi polarizatsiyalangan nurni turli yo'nalishlarda aylanishga ega bo'lgan ikki

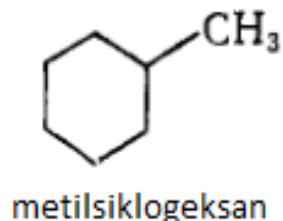
qismga ajratish.

Avval birinchi ta'siri (effekti)- polyarizatsiya tekisligini paydo bio'lishini ko'rib chiqamiz. Moddalarning optik faolligi ikki omilga bog'liq:

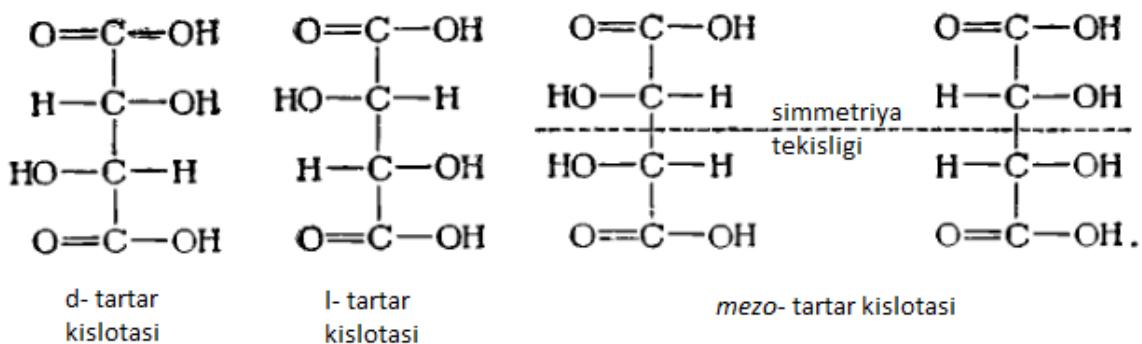
- 1) kristall panjaraning xususiyatlari;
- 2) modda molekulasining tuzilishining xususiyatlari.

Ushbu omillarga qarab optik faol moddalar ikki turga bo'linadi. Kristallar, masalan, Kvarts  $\text{SiO}_2$ , natriy xlorat  $\text{NaClO}_3$  va boshqalar. Kristalli cho'kmalarning optik faolligi, masalan:  $\text{TeAuCl}_4$  va  $\text{PbCl}_2$  aniqlash uchun kristalli kimyoviy moddalar ishlatiladi. Eritmada yoki eritishda, ya'ni kristall panjarani yo'q qilganda, bunday kristallar optik faollikni yo'qotadi.

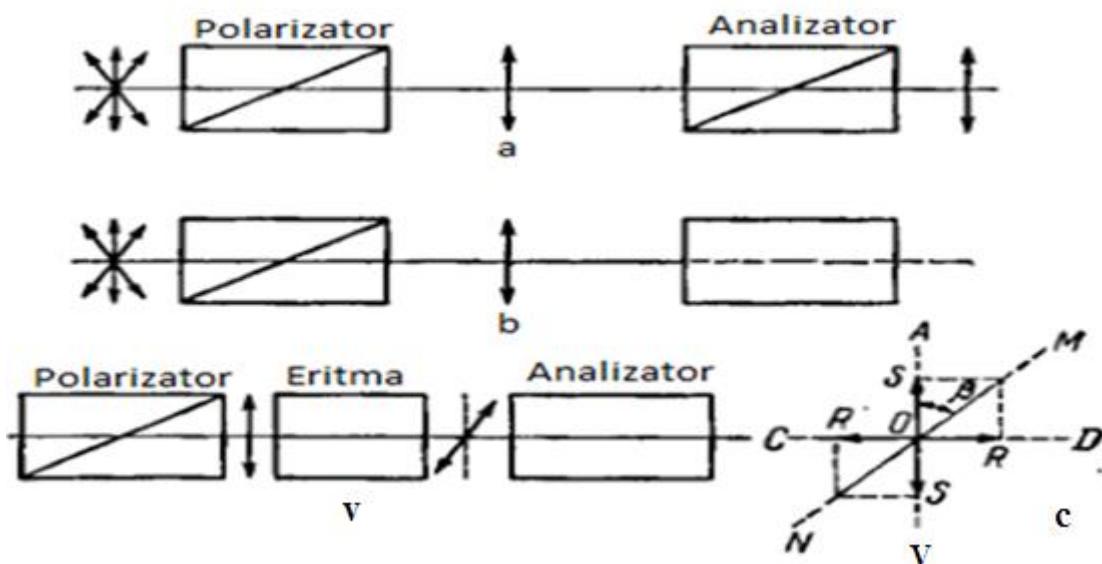
Mikroskopik usulda kristall polarizatsiya tekisligining aylanishi ayniqsa keng qo'llaniladi. Kristallar aylanish yo'nalishi (o'ng yoki chap aylanish), aylanish darajasi va boshqa bir qator ta'sirlar bo'yicha bir - biridan farq qiladi. Ushbu optik ko'rsatkichlar kristallarning muhim xususiyatlari hisoblanadi. Ikkinci turdag'i moddalar faqat erigan yoki gazsimon holatda faoldir. Ularning optik faolligi molekulalarning tuzilishining o'ziga xos xususiyatlariga bog'liq. Ushbu toifadagi moddalar asosan organik moddalarni o'z ichiga oladi; glyukoza, tartarik kislota, morfin va boshqalar. Misol uchun, siklogeksan molekulasi nosimmetrik va optik jihatdan faol emas va metil siklogeksan molekulasi simetrik va optik jihatdan faol emas:



Tartarik kislota to'rtta shaklda mavjud bo'lishi mumkin, ulardan ikkitasi optik jihatdan faol, ikkitasi simmetriya tekisligiga ega va optik jihatdan faol emas.



**Optik faol moddalar eritmalarini tahlil qilish.** Shubhasiz, bir necha ming optik faol moddalar polarimetrikusul bilan tekshirilishi mumkin. Agar bunday moddaning polarizatsiyalangan nurqatlami o'tib ketsa keyin polarizatsiya tekisligi o'zgaradi, ya'ni chiqarilgan nuring polarizatsiya tekisligi polarizatsiya tekisligining aylanish burchagi deb ataladigan ma'lum bir burchakka aylanadi. Polarimetrik tahlil uchun har qanday qurilmaning asosiy qismi polarizator va analizator hisoblanadi.



**2.35-rasm.** Polarizator va analizatorni polarimetrik o'rghanish sxemasi

Ular o'rnatilganda, polarizatsiya tekisliklari bir-biriga parallel, yorug'lik nurlari burchagidan o'tib ketadi (2.35-rasm, (a)). Shunday qilib, analizator  $90^\circ$  ga (2.35-rasm, (b)) burilganda polarizatsiya tekisliklari o'zaro perpendikulyar bo'lib chiqadi, yorug'lik nurlari analizatordan o'tolmaydi, chunki polarizatordan o'tgan nurlar tebranishlar tekisligiga va analizator nurlarining o'tish tekisligiga perpendikulyar

bo'ladi. Bunday holda, analizator uchun hech qanday yorug'lik bo'lmaydi. Bu holatda analizator va polarizatorda mavhumlik sodir bo'ladi. Agar analizator va polarizator mavhumlik holatida bo'lsa, eritmani optik faol moddalarga joylashtirish kerak (2.35-rasm, (v)), keyin analizator uchunnur paydo bo'ladi.

Nurning ko'rinishi eritmadan chiqqan nur analizatorning tekisligiga perpendikulyar bo'lgan tekislikda emas, balki MN tekisligida o'zgarib turadi va parallelogram qoidasiga ko'ra ikki nur OR va OS. Nur OR analizatorning nurlarining o'tish tekisligida o'zgarib turadi va shuning uchun u orqali o'tishi mumkin (2.35-rasm, (c)). Polarizatorni va analizatorni mavhumlikga qo'yish uchun analizatorni aylantirish kerak, shunda uning tekisligi MN tekisligiga perpendikulyar bo'ladi. Shunday qilib, maydon tekisligining aylanish burchagi aniqlanadi. Bu burchak qatlamning qalinligi, eritmaning kontsentratsiyasiga va optik faol moddaning individual xususiyatlariga bog'liq.

Bu miqdorlarning barchasi tenglamalar bilan bog'liq:

$$\beta = \frac{abC}{100} = abC' \quad \text{va} \quad (1)$$

$$\Phi = \frac{aM}{100} \quad (2)$$

bu yerda, a- polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi; b-qatlamning qalinligi, sm; c-xamda, g / 100 ml; C' - konsentratsiyasi, g / ml; M-mol massasi;  $\Phi$ -polarizatsiya tekisligida mollyar aylanishi.

$\beta$  va  $\Phi$  qiymatlari o'rganilayotgan moddaning tabiatini tavsiflaydi.

Polarizatsiya tekisligining aylanishi soat yo'nalishi bo'yicha va aksincha bo'lishi mumkin. Birinchi holda, aylanish o'ng tomonga 6 ijobiy hisoblanadi, ikkinchi holatda - chap tomonga salbiy hisoblanadi. Polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi a moddaning tabiatiga, polarizatsiyalangan nuring to'lqin uzunligiga va haroratga bog'liq. 2.7-jadvalda ba'zi moddalar uchun to'lqin uzunligiga bog'liq.

2.7-jadval . Polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishining bog'liqligi.

<b>Saxaroza C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub></b>		<b>Fruktoza C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>O<sub>6</sub></b>		<b>Nikotin C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub></b>	
λ, nm	δ, gradus	λ, nm	δ, gradus	λ, nm	δ, gradus
400	+149.9	447	-166	486	-253.5
450	+122.2	479	-151	535	-207.5
500	+99.8	508	-137	589	-162
589	+66.8	535	-107	656	-126
		589	-90		
		656	-76		

2.7-jadvaldan ko'rinish turganidek, to'lqin uzunligi oshishi bilan polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi kamayadi. Haroratning oshishi bilan o'ziga xos aylanish oshadi. Haroratni oshishi, solishtirma aylanish ham oshadi. Misol uchun, invertoza uchun, d-glyukoza va d-fruktoza miqdorlarining darajasi- quyidagi ketma-ketlikka tengdir:

$$\delta_t = \delta_{20} - 0,304(t - 20) + 1,68 \cdot 10^{-3}(t - 20)^2.$$

Shuning uchun polarizatsiya tekisligining aylanish bo'yicha barcha tadqiqotlarda to'lqin uzunligi va haroratning ma'lum qiymatlarini nazarda tutishi kerak. Odatda polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi 20°C ,  $\pi_D$  natriyning sariq chizig'i deb ataladi va  $\delta \frac{20}{D}$ . Suyuq va qattiq moddalarning polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi doimiy qiymatdir, masalan:

$$\text{skipitar uchun} - \delta \frac{20}{D} = -37,24^\circ, \text{ nikotin uchun} - \delta \frac{20}{D} = -162,0.$$

Optik faoliyati eritmaning molekulyar tuzilishi bilan bog'liq bo'lgan eritmalar uchun polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi ham eritmaning kontsentratsiyasiga bog'liq. Haroratning bog'liqligi kabi, polarizatsiya tekis-ligining kontsentratsiyaga nisbatan o'ziga xos aylanishining bog'liqligi odatda quvvatli qator shaklida ifodalanadi. Masalan, saxaroza uchun:

$$\delta \frac{20}{D} = 66,56 + 8 \cdot 10^{-4} \cdot C - 2 \cdot 10^{-4} C^2$$

Ko'pincha muayyan aylanish formulalari aylanishning moddaning

kontsentratsiyasiga va haroratga bog'liqligini ifodalaydi. Misol uchun, 4 dan 40 g gacha 100 ml gacha bo'lgan xamda 0 dan 40 °C gacha bo'lgan haroratda *l*-fruktoza uchun:

$$6 \frac{t}{D} = -100,3 - 0,108 C + 0,56 t.$$

Polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi, shuningdek, o'rganilayotgan modda erigan erituvchiga bog'liq.

Shunday qilib, turli murakkab organik moddasisolventlarda d-komfor kislotasining eritmasi polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanish qiymatlariga ega:

6

Suvda.....73,3°

Benzolda .....+60,0°

Spirtda.....+18,0°

Ba'zi hollarda polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanish vaqtida o'zgarish kuzatiladi. Ushbu hodisa mutarotatsiya deb ataladi va eritmaning bir optik shaklini boshqasiga o'tkazish bilan bog'liq bo'ladi. Shakar sanoatida polarimetrik usuli shakar moddalar tarkibini aniqlash uchun ishlatiladi. Yog'- moy sanoatida yog'larni aniqlash uchun refraktometrik usul bilan birgalikda ishlatiladi. Bir xil ko'rsatkichlarga ega bo'lgan ba'zi yog'larsinishi, polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanish qiymatlari keskin farq qiladi, masalan:

<i>n</i>	6
Yalpiz moyi.....	1,486      -34°
Ukrop yog'i .....	1,486      +170°

Farmatsevtika ishlab chiqarishda polarimetriya ba'zi dori-darmonlarni aniqlash uchun ishlatiladi. Shunday qilib, kofur bazilikdan ajratilgan komfur kislotasi, -8,6 ° polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi bilan spirtga aylantiruvchi eritmani beradi, undan ajratilgan komfur kislotasining ba'zi turlari polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi bilan chap aylanadigan eritmani beradi -8,6°, sintetik kamfur kislotasi polarizatsiya tekisligini aylantirmaydi.

## Spektropolarimetrik usul

Bir necha optik faol moddalarning aralashmalarini aniqlash uchun polarizatsiya tekisligining o'ziga xos aylanishi to'lqin uzunligiga qarab belgilanadigan spektropolirimetrik usul yotadi. Odatda polarizatsiya tekisligining o'ziga xos yoki molar aylanishining mutlaq qiymati to'lqin uzunligining oshishi bilan kamayadi (2.36-rasm. 1 va 2 e.ch.). Ba'zi hollarda, bu egri to'lqin uzunliklarining o'qini kesib o'tishi mumkin, o'ziga xos aylanish uning belgisini o'zgartiradi (2.37 - rasm. 3 e.ch.). Kesishish nuqtasida modda polarizatsiya tekisligini aylantirmaydi va bu nuqtani yorituvchi to'lqin uzunligi nol aylanish to'lqin uzunligi deb ataladi. Shubhasiz, eritmada turli xil nol aylanish to'lqin uzunligi bo'lgan ikkita optik faol modda mavjud bo'lsa (2.38-rasm), keyin, birinchi moddaning nol aylanish to'lqin uzunligi aylanish o'lchash, eritmada mavjud boshqa moddaning kontsentratsiyasini aniqlash. Shunday qilib, polarizatsiya tekisligining aylanish burchagini b moddasining to'lqin uzunligi bilan aniqlagan holda, uning b kontsentratsiyasini hisoblash oson:

$$\beta_{\lambda_A^0} = \frac{a_B b C_B}{100} \quad \text{и} \quad C_B = \frac{\beta_{\lambda_A^0} \cdot 100}{a_B b} \quad (1)$$

A ( $C_A$ ) moddaning kontsentratsiyasi polarizatsiya tekisligining aylanish burchagi bilan b moddasi uchun nol aylanish to'lqin uzunligi bilan aniqlanadi:

$$\beta_{\lambda_B^0} = \frac{a_A b C_A}{100} \quad \text{и} \quad C_A = \frac{\beta_{\lambda_B^0} \cdot 100}{a_A b} \quad (2)$$

Boshqa murakkab holatlarda, polarizatsyaning plo qatlamining aylanish burchagi ikki xil to'lqin uzunligida aniqlanishi va ushbu to'lqin uzunliklarida o'rganilayotgan moddalarning polarizatsiya tekisligining o'ziga xos tomonlarini bilish, ikkita tenglamani echish va aniqlangan moddalarning kontsentratsiyasini hisoblash mumkin. Misol uchun, A va B moddalarining aralashmasini tahlil qilganda, quyidagilar ma'lum.

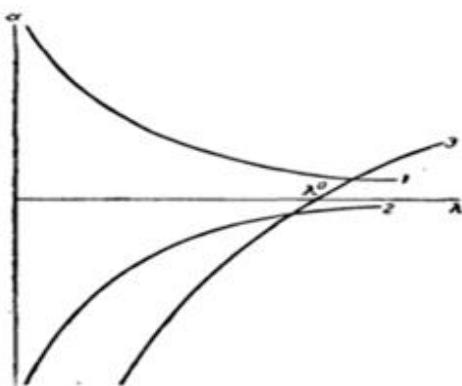
Polarizatsiya tekisligining aylanish burchagi -  $\pi_1$ :

$$\beta_1 = \frac{a_1^A C_A + a_1^B C_B}{100} b$$

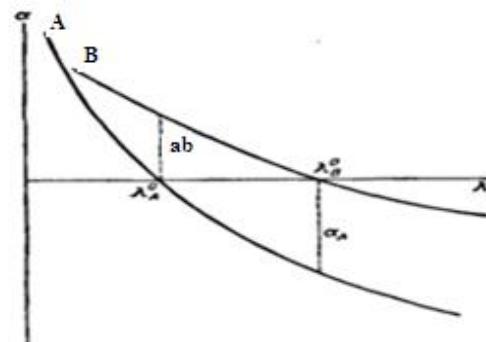
to'lqin uzunligi  $\lambda_2$  da,

$$\begin{aligned}\beta_2 &= \frac{a_2^A C_A + a_2^B C_B}{100} b \\ C_A &= \frac{100}{b} \frac{\beta_1 a_2^B - \beta_2 a_1^B}{a_1^A a_2^B - a_2^A a_1^B} \\ C_B &= \frac{100}{b} \frac{\beta_1 a_2^A - \beta_2 a_1^A}{a_1^B a_2^A - a_2^B a_1^A}\end{aligned}\tag{3}$$

**Ikkala nur sinishi bilan polarizatsiya.** Ba'zi organik moddalar kristallari va molekulalari polarizatsiyalangan nurni turli yo'nalishlarda aylanadigan ikkita komponentga — o'ngga aylantirish qobiliyatiga ega . va chap. Ushbu hodisa ikkala nurli sinishi deb ataladi.

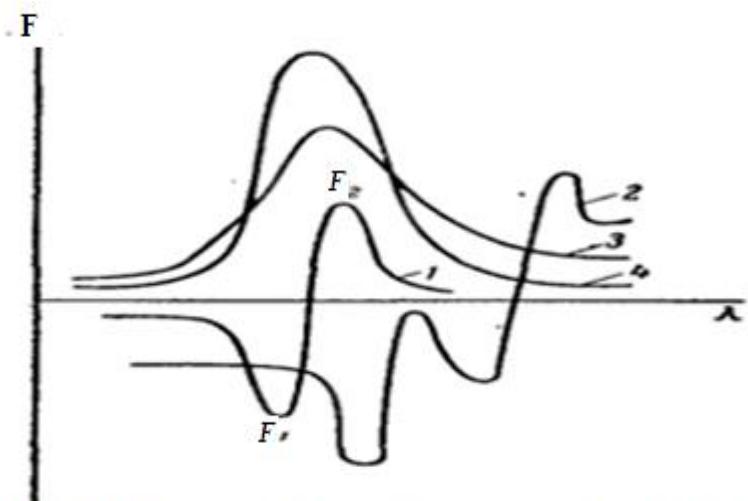


2.36 -rasm. Polarizatsiya tekisligining aylanish burchagi to'lqin uzunligiga bog'liqligi



2.37 -rasm. Spektropolyarometrik tahlil chiziqlari

Nurning polarizatsiyalangan nurini bunday soha orqali uzatishda juda murakkab hodisalar paydo bo'ladi.



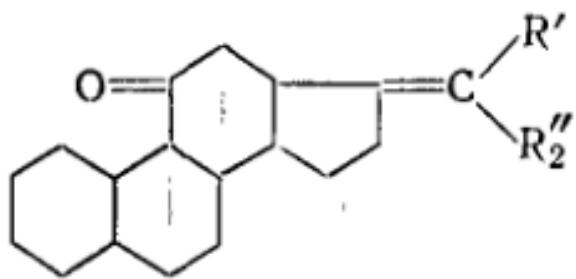
**2.38 -rasm.** Dispersiyaning egri optik aylanish (1, 2), murakkab organik moddalar uchun differentsiyal dixronik absorbsiyasi (3) va optik absorbsiya (4).

Moddaning maksimal emilimiga ega bo'lgan to'lqin uzunligi sohasida (2.38-rasm, 4 egri chizig'i), polarizatsiya tekisligining o'ziga xos va molar aylanishining to'lqin uzunligiga bog'liqligi murakkab qonunlarga va bu qaramlikning egri (egrioptik dispersiyasigao'tish) Ikkala nurlanishga ega bo'lgan moddalarni tavsiflash uchun, farqi teng bo'lgan molli (molekulyar) amplituda a qiyamatidan foydalananilgan maksimal va minimal nuqtalarda polarizatsiya tekisligining molar aylanishi:

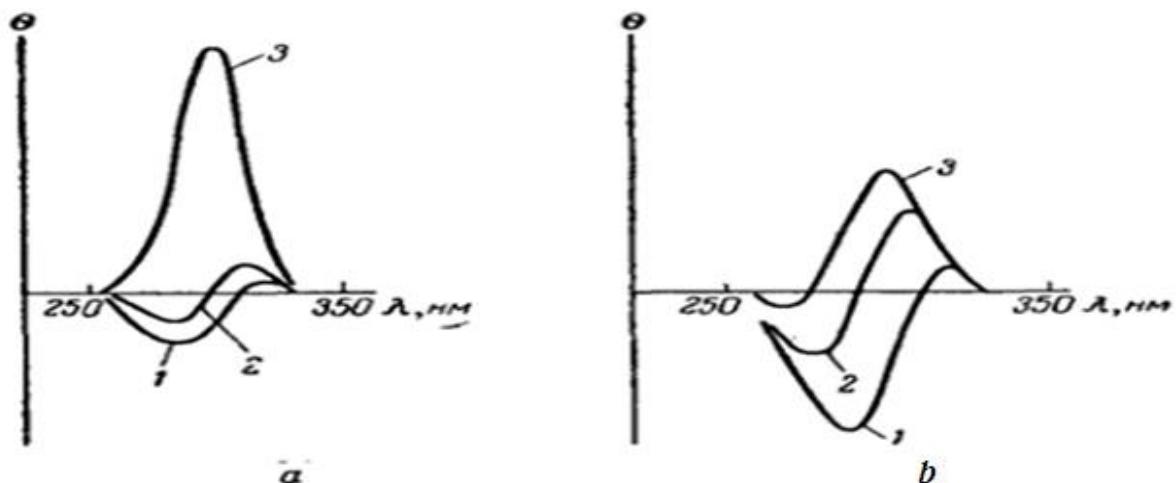
$$\delta = \frac{F_2 - F_1}{100}$$

Ikkala nurli sinishi hodisasi ham aylana bilan tavsiflanadi KD. Aylana dixronik absorbsiy koeffitsientlari orasidagi farq-chap polarizatsiyalangan yorug'lik va o'ng birlikma bilan ifodalanadi. Dixronik singdirish egri (KD) - to'lqin uzunligi F bog'liqligi - singishi maksimal sohasida qo'ng'iroq shaklidagi shaklga ega (2.38-rasm, 3 e.ch).

Mol amplitudasi, differentsiyal dairesel dichroic absorbsiyasi, ularning to'lqin uzunligi o'qiga nisbatan joylashishi bularning barchasi o'rganilayotgan moddani xarakterlaydi. Sinishi indekslari kabi, bularmiqdorlar haroratga juda bog'liqva hal qiluvchi. Harorat tushganda, molar elliptiklik sezilarli darajada oshadi. Shakl bo'yicha misol sifatida. (2.39-rasm (a)) va turli haroratlarda izopentanda menton uchun KD egri chizig'I berilgan.



Ushbu misoldan ko'rinib turibdiki, organik molekula tarkibidagi deputatlar O ning Molli elliptikasining qiymatiga va KD egri joylashuviga katta ta'sir ko'rsatishi mumkin. OAT (optik aylanishining tarqalishi) va F ning molar aylanishi ham molekula tuzilishiga bog'liq. (2.40 va 2.41-rasm), bo'yicha xolesterin izomerlari uchun egri chiziqlar berilgan. OAT egri chiziqlari belgilari-izomer molekulasiida ikkala bog'lanish holati bilan ajralib turadi. Optik aylanish dispersiyasini o'rganish uchun polaris ishlatiladi-monoxromatorlarning yorug'lik manbai sifatida ishlatiladigan metrlari, muayyan to'lqin uzunligi nurini beradi. Monoxromatik yorug'lik nurining analizatordan chiqishi juda zaif bo'lgani uchun, qabul qiluvchilarni ta'sirchanligini qo'llash kerak. Polarizatsiya tekisligining aylanish burchagini aniqlash turli to'lqin uzunliklari ichida, keyin molar aylanishni hisoblab chiqadi va optik aylanish dispersiyasining egri chiziqlarini quradi. Dixroizm o'rganish uchun asboblarda yorug'likning monoxromatik nurlari ikki o'zaro perpendikulyar yo'nalishda polarizatsiya qilinadi va yo'nalishga qarab yorug'likning turli xil singishi mavjud bo'lgan o'rganiladigan eritma orqali o'tadi. Analizator uchun optik zichlik o'zaro perpendikulyar yo'nalishlarda aniqlanadi, turli xil to'lqin uzunliklarida  $\Theta$  dichroic absorbsiyasi va molar elliptikligi aniqlanadi.

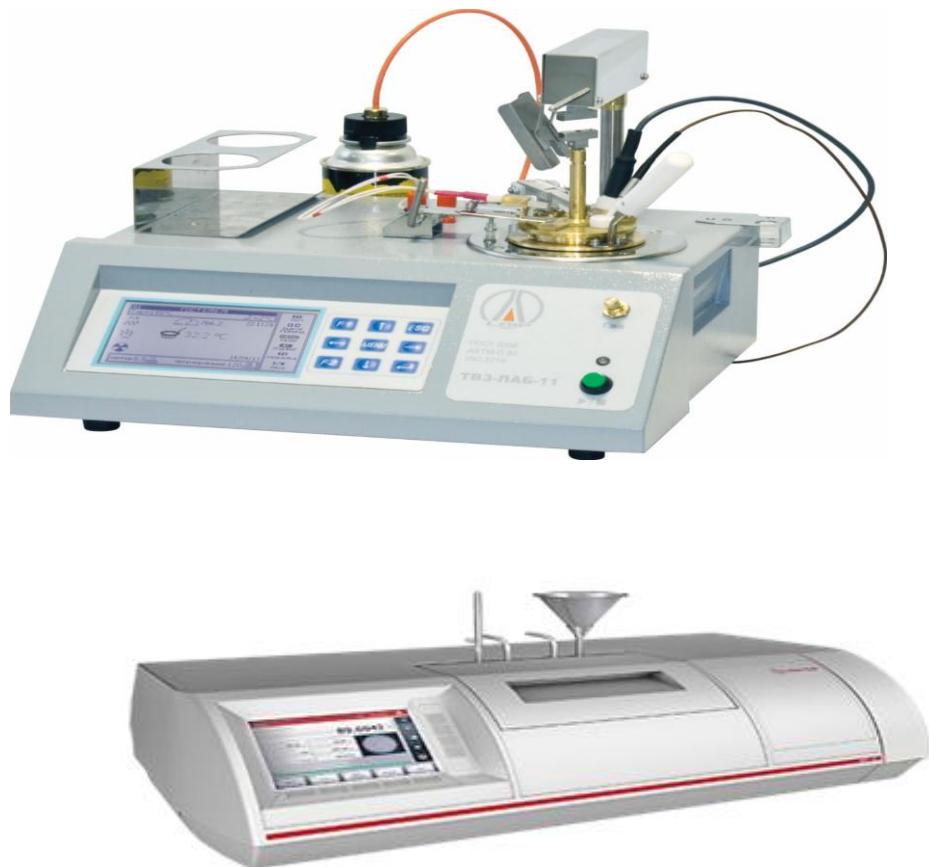


**2.39-rasm.** Aylana nur utishi natijasida egri chiziqlarning farqi.

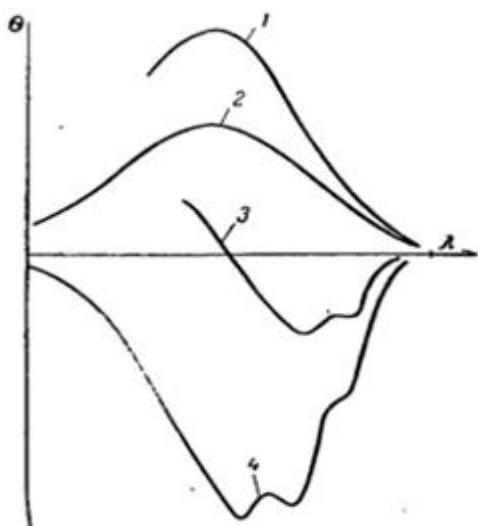
a- haroratga bog'liqligi;

b- eritmaga bog'liqligi

Dixroizm va optik aylanish dispersiyasini o'rganish usuli juda murakkab h shuning uchun an'anaviy analitik maqsadlar uchun kamdan-kam hollarda qo'llaniladi, garchi bu qiymatlar va eritmadiagi faol moddaning opti-Cheski kontsentratsiyasi o'rtaida polarizatsiya tekisligining kontsentratsiyasi va aylanishi o'rtaida bir xil bog'liqlik mavjud. Biroq, ba'zi hollarda, dairesel dixroizm usuli spektral usullar bo'yicha bir qator afzalliliklarga ega. Misol uchun, ketosteroid karbonil guruhini gidroksilga qayta tiklash jarayonini o'rganishda infraqizil spektroskopiya usulini qo'llash qiyin, chunki mos solventning yo'qligi va ultrabinafsha mintaqada etarli darajada aniq Maxima yo'qligi tufayli qiyin. Steroidning karbonil guruhi bilan kontsentratsiyasining pasayishi dumaloq dixroizm usuli bilan aniqlanishi mumkin. Yengil gidrolizni o'rganish uchun ultrabinafsha spektroskopiya yaroqsiz, chunki reaksiya aralashmasida boshqa xromoforlar mavjud bo'lib, ularning ta'rifiga aralashib ketadi. Dumaloq dixroizm usuli bilan hosil bo'lgan ketonning kontsentratsiyasini osongina aniqlash mumkin. Ushbu usul organik kimyoda ko'plab nazariy masalalarni hal qilish, xususan, funktsional guruhlarning nisbiy joylashuvini va deputatlarning o'zaro ta'sirini aniqlash uchun eng katta qo'llanmani topadi.

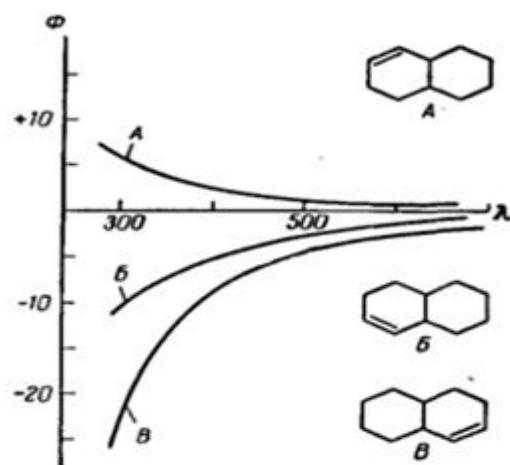


**Kristall moddalarni tahlil qilish.** Polarimetrik tadqiqotlarda kristalli moddalarni o'rganish alohida o'rinni tutadi. Batafsil bu savollar mineralogiya va mikroskopiya kurslarida tasvirlangan, bu erda biz faqat ba'zi oddiy ma'lumotlarni ko'rib chiqamiz. Mikrokristalloskopik tadqiqotlar polarizatsiya mikroskopi yordamida amalga oshiriladi. Agar kristall kesishgan polarizator va analizator o'rtasida kiritilsa va uni aylantirsa, unda ma'lum lavozimlarda u qorong'i bo'ladi-siqndarylyr. Agar siqndyrme kristalning qovurg'asining nurining parallel yo'naliishi bilan kuzatilsa, u to'g'ri burchak deb ataladi, agar u ma'lum bir burchak hosil qilsa — burchak burchagi — agar u kristalning diagonallari bilan mos keladigan bo'lsa — nosimmetrikdir.



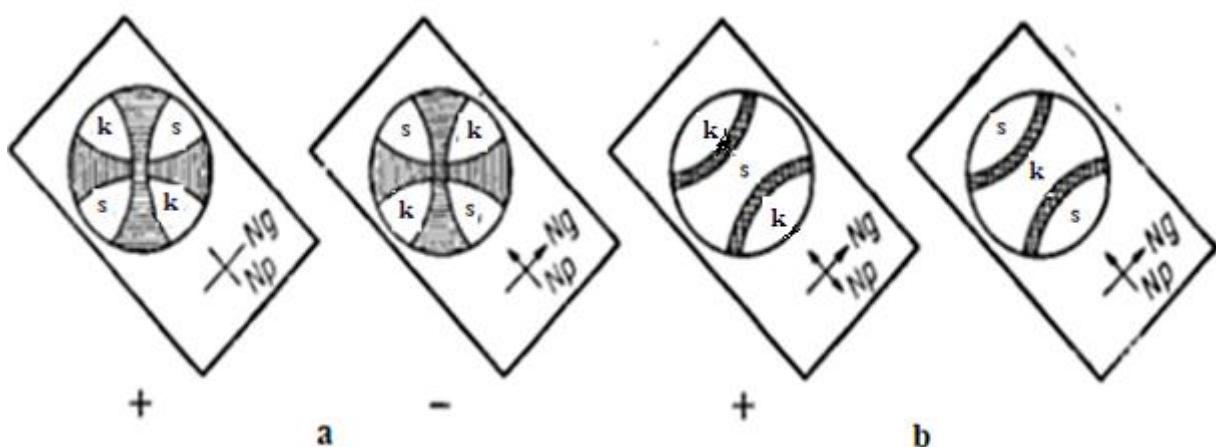
2.40-rasm. Ketosteroidni turli o'rinxbosarlari bilan dixronik egri chizig'i:

1— $R' = H$ ,  $R'' = CN$ ; 2— $R' = CH_3$ ,  $R'' = CN$ ;  
3— $R' = CN$ ,  $R'' = C_2H_5$ ; 4— $R' = CN$ ,  $R'' = H$ .



2.41-rasm. Xolesten izomerlari uchun optik aylanish egri dispersiyasi.

Bertran linzalari va kompensatsion gips plitasi yordamida konvergent polarizatsiyalangan nurda kuzatish mumkin. Shu bilan birga olingan rasmga qarab (2.42-rasm) bir tomonlama yoki ikki tomonlama kristalning zarbasini aniqlash mumkin, va uning rangi tabiatiga ko'ra-kristalning belgisi hisoblanadi. O'zaro perpendikulyar yo'nalishdagi sinishi indekslari maksimal qiymatlarga mos keladigan kristallar ijobiy, minimal—salbiy deb ataladi. Muayyan sinishi ko'rsatkichlari bilan suyuqliklarni qo'llash orqali kristalning sinishi indeksini aniqlash mumkin.



2.42-rasm. Kristallarni polyarimetrik aniqlashni ko'rinishi  
a—bir ko'zli; b—ikki ko'zli; s—sariq rangli; k—ko'k rangli

## 2.8-jadval. Kumush ionining ba'zi kristal kimyoviy xususiyatlari

<b>Cho'kma</b>	<b>Simmetriya turi</b>	<b>Yutishi</b>	<b>Sindirish ko'rsatkichi</b>
$\text{Ag}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	Triklin	Egri $30^\circ$	2.36
$\text{Ag}_2\text{CrO}_4$	Rombik	To'g'ri	2.4 dan 2.7 gacha
$\text{Ag}_2\text{AsO}_4$	Kubik	-	1.96

Polarimetrik tаддiqot usulidan foydalanish mikrokristalloskopik tahlil imkoniyatlarini sezilarli darajada kengaytiradi.

### Nazorat savollari:

1. Polyarografik usul- qanaqa tok kuchini o'lchashga asoslangan?
2. Elektrodda ionlarni qayta ishlash jarayoni qaysi bosqichlarda bo'ladi?
3. Qattiq elektrodlardan foydalanganda qaysi munosabatlar kuzatiladi?
4. Polarogramlarni buzadigan va polarografiya qilishni qiyinlashtiradigan holatlar nima?

## 2.9. POTENSIOMETRIYA USULI

Potensiometriya elektrokimyoviy tahlilning asosiy usullaridan biri bo'lib, tahlil qilingan eritmada cho'ktirilgan elektrod salohiyatini o'lchashga asoslangan. Elektrodning potentsiali ionlarning kontsentratsiyasining (yoki ancha faolligining) o'zgarishi bilan o'zgaradi, elektrodni eritma bilan almashtirilgan. Shu asosda Nernst tenglamasiga muvofiq eritmaning tarkibi bo'yicha miqdoriy ma'lumotni olish mumkin:

$$E = E^{\circ} + \frac{RT}{ZF} \ln C$$

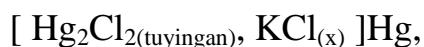
O'lchov uchun zarur bo'lgan o'rnatish elektrotlar - juftlik elektrodidan va indikatorli elektroddan, shuningdek, potentsialni o'lchash uchun qurilmadan iborat.

Yuqori qarshilik voltmetrlari bo'lgan potensial farqlarni o'lchash vositalari keng tarqalgan. Bunday ishlab chiqariladigan qurilmalar odatda pH metrlari yoki ionomerlari deb ataladi, chunki ular pHga sezgir yuqori qarshilikli shisha elektrod yoki tegishli ion faol elektrodlili hujayralar potentsialini o'lchash uchun mo'ljallangan. Ushbu asboblarning o'lchovi ikkala millivolt va pH birliklarida sozlangan. Potensiometriyaning jadal rivojlanishi eritmada ko'plab ionlarning kontsentratsiyasini to'g'ridan-to'g'ri aniqlashga imkon beradigan turli xil ion-qay elektrodlarning paydo bo'lishi bilan bog'liq. Potensiometrik analitik usullar elektrod va potentiometrik titrlashda empirik ravishda o'lchangan elektron EMF potensialidan elektrod reaksiyasidagi ishtirokchining faolligini yoki kontsentratsiyasini topish uchun Nernst (1) tenglamasidan foydalanib, to'g'ridan to'g'ri potentsialometriyaga (ionometriyaga) bo'linadi. Ushbu usulda munosib nuqta ekvivalent nuqtaga yaqin potentsialda keskin o'zgarish (o'tish) bilan aniqlanadi. Potensialni o'lchash uchun mos elektrodlardan birini tanlang, ulardan biri mos yozuvlar elektrodi, ikkinchisi esa indikator.

### **Yo'naltirilgan elektrodlar**

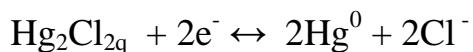
Ko'pgina elektrokimyoiy usullar uchun, uning potentsiali ma'lum bo'lgan yarim evolyutsiyaga ega bo'lish maqsadga muvofiq, o'rganilayotgan eritma tarkibidan doimiy va to'liq mustaqildir. Bu mos yozuvlar elektrodi deyiladi, etarlicha kichik oqimlardan o'tib, deyarli o'zgarmas va takrorlanadigan potensialni saqlaydi. Ishlatiladigan elektrodlar kalomel va kumush xlor elektrodlarini o'z ichiga oladi.

Kalomel elektrodlari quyidagicha ifodalanadi:



bu erda x - kaliy xloridning molyar kontsentratsiyasi.

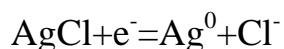
Elektrod reaksiyasi quyidagi tenglama bilan ifodalanadi:



Kalomel elektrodnинг standart vodorod elektrodiga nisbatan salohiyati  $25^\circ \text{C}$  da 0,242V dir. Kumush xlorid bilan to'yigan KCl eritmasiga botgan kumush elektrod kalomel elektrodgaga o'xshash tizimni hosil qiladi:



bu erda x-molyar konsentratsiya KCl kontsentratsiyasi. Elektrod reaksiyasi quyidagi tenglama bilan ta'riflanadi:



Standart vodorod elektrodiga nisbatan kumush xlor elektrodining potentsiali

25 ° C da 0.1976 V ni tashkil qiladi .

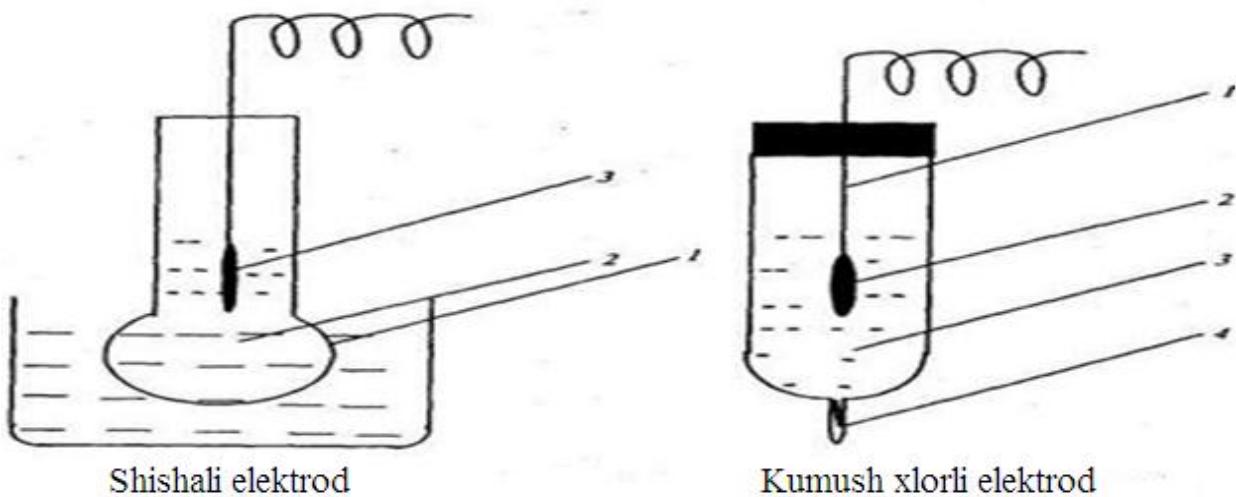
### **Ko'rsatkich elektrodlari**

Tahlil qilinayotgan eritmada referent elektrod bilan birgalikda ishlatiladigan elektrodga indikator deb nom berilgan, uning salohiyati analit konsentratsiyasiga bog'liq. Ko'rsatkichli elektrodlar ikki turga bo'linadi - metall va membrana. Indikatorli elektrodlar sifatida, masalan, Ag, Cu, Hg, Pb, Cd kabi qaytaruvchi yarim reaktsiyalarni berishga qodir metallar mavjud. bu metallarning potentsiallari qayta ishlab chiqariladi va taxminiy ravishda eritmadi ionlarning faolligini aks ettiradi. Biroq, barcha metalllar indikator elektrodlarni ishlab chiqarish uchun mos emas, chunki ular tarkibidagi stress yoki kristalli deformatsiyalarga va yuzalarida oksid qatlamlari hosil bo'lishiga qarab qayta ishlab chiqarilmaydigan potensiallar bilan ajralib turadi. Ushbu metallar Fe, Ni, Co, W, Cr ni o'z ichiga oladi.

Metall indikatorli elektrodlar nafaqat o'z ionlarini aniqlash uchun ishlatiladi, ular kationlari bilan kam eriydigan tuzlarni hosil qiladigan anionlarga bevosita ta'sir ko'rsatadi. Bunday holatda, faqat eritilgan tuz bilan o'rganilgan eritmani to'ldirish kerak. Masalan, kumush elektrodning potentsiali AgCl bilan to'yingan eritmada kontsentratsiyasini to'g'ri aks ettiradi (2.43-rasm) .

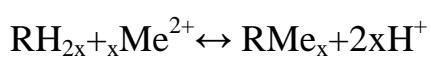
Membrananing materialiga qarab, elektrodlar qulay tarzda to'rt toifaga bo'linadi:

- 1) shisha elektrodlar;
- 2) suyuq membranalar bilan elektrodlar;
- 3) qattiq membrana elektrodlari;
- 4) gaz sezgir membranalari bo'lgan elektrodlar.



**2.43-rasm.** Metall elektrodlari

Shisha elektrodnini batafsilroq ko'rib chiqamiz. Olingan eritma, AgCl bilan to'yingan HCl (0,1 M) eritmasi bilan to'ldiriladi. Quvvatli simlar potentsialni o'lchash uchun qurilmaning qutblaridan biriga tashqi ta'sir sifatida xizmat qiladigan eritma ichiga botiriladi. Kumush elektrod vodorod ionlari uchun tanlangan. Aslida sezgirlik uchun o'rtacha pH o'lchami elektrodning uchida nozik shisha membranadir. pH-nozik shisha ishlab chiqarish uchun, 22% Na<sub>2</sub>O, 6% CaO, 72% SiO tarkibili oksidlardan foydalaniladi. Ushbu kompozitsion plyonkada pH 9 ga yuqori aniqlik beriladi. Oliy pH da membran Na<sup>+</sup> ionlariga sezgir bo'ladi. Gigroskopik bo'lмаган ko'zoynaklarning vodorod ionlari uchun tanlanganligi yo'qligiga e'tibor qaratish lozim. Shuning uchun elektrodnini sozlashdan avval 8 soat davomida namlash kerak, ishning oxirida yana suvga solinishi kerak. Suyuq membranalarni qo'llash, ularning muayyan ion bilan qay tarzda reaksiyaga kirishayotgani tahlil qilingan eritma va aralashmagan suyuqlik o'rtasida yuzaga keladigan salohiyatga ega ekanligiga asoslanadi. Suyuq membrana ega bo'lgan elektrod shisha idishdan farq qiladi, chunki ma'lum va doimiy faoliyatga ega bo'lgan eritma tahlil qilinadigan eritmadan suv bilan aralashmagan organik suyuqlik bilan ajralib chiqiladi. Organik suyuqlik kislotali, asosiy yoki xelatlovchi funksional guruhlarni o'z ichiga olgan suvga chidamsiz, organik ion almashinuvchan. Agar muvozanat ikki marta katkələ kationining suvli eritmasi bilan o'rnatilsa, bu jarayon quyidagicha ifodalanishi mumkin:



Organik o'zgarishlar suv fazasi organik o'zgarishlar suvli faza qayta-qayta ishslash, suyuq ion almashinuvi bilan deyarli butunlay Katyonik shakli RME<sub>x</sub> mumkin, va bu shaklda u Me<sup>n+</sup> aniqlash uchun elektrodlar uchun qo'llaniladi.

Amaliy jihatdan eng katta qiziqish Ca va K - elektrodlar. Ushbu elektrodlar texnologik va ilmiy tadqiqotlar uchun ham, tibbiyotda ham katta ahamiyatga ega. Eterning kaltsiy bilan yaqinligi elektrodning tanlanishini belgilaydi. Elektrodning kaltsiy ionlariga ta'sirchanligi Mg<sup>2+</sup> ionlariga 50 marta, Na<sup>+</sup> va K<sup>+</sup> ga 1000 martadir. Elektrod 10<sup>-5</sup> g-ion / l va usti konsentratsiyali kaltsiy ionlarining faolligini aniqlash uchun ishlatilishi mumkin .

K-elektrod juda kam miqdordagi natriy fonida kam miqdordagi kaliyni aniqlashi kerak. K-elektrod antibiotik valinomisinni suyuqlik membranasi sifatida ishlatadi, bu kaliy bilan natriyga qaraganda ancha yuqori. Natriy borligida kaliyni aniqlanganda, bunday suyuqlik membranasi selektivlik koeffitsienti bilan 10,000 dan ortiq bo'ladi.

Mahalliy sanoatda Ca<sup>2+</sup>, K<sup>+</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, ClO<sub>4</sub><sup>-</sup> suyuq membranalari bilan selektiv elektrodlarni ishlab chiqarish o'zlashtirildi . Qattiq membranalar bilan elektrodlarning istiqbolli tatbiqi. Ba'zi oynalar kationlar uchun tanlanganidek, katyonik bo'shliqlarga ega bo'lgan membranalar anionlar uchun tanlangan. Ta'riflangan va Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, J<sup>-</sup>, Cd<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, CN<sup>-</sup>, S<sup>2-</sup>, SCN<sup>-</sup> kabi qattiq membranalari bo'lgan elektrodlar qo'llaniladi .

### **Potensiometrik o'lchovlar**

Tahlilning yakuniy bosqichida to'g'ridan-to'g'ri potentiometrik o'lchov ishlatiladi. Bunday o'lchovlarning usuli oddiy va analog elektrodning potentsialini bir xil moddaning standart eritmasiga tushirilgan bir xil elektrod salohiyati bilan analitning eritmalari bilan taqqoslashdan iborat. Ma'lum kontsentratsiyali yoki faollik echimlari uchun elektrod salohiyatini o'lchab, siz o'sha sharoitda eritmaning potentsialini o'lhash yo'li bilan siz o'sha moddadan olingan eritmaning konsentratsiyasini (faoliyatini) topa oladigan kalibrlash grafigini yaratishingiz mumkin. Kalibrlash usuli bunday qulayliklarni soddalik, expressnet, uzoq muddatli aniqlash uchun qulaylik bilan birlashtiradi.

## Potensiametriyada ishlataladigan zamonaviy asbob uskunalar



## Potensiometrik titrlash

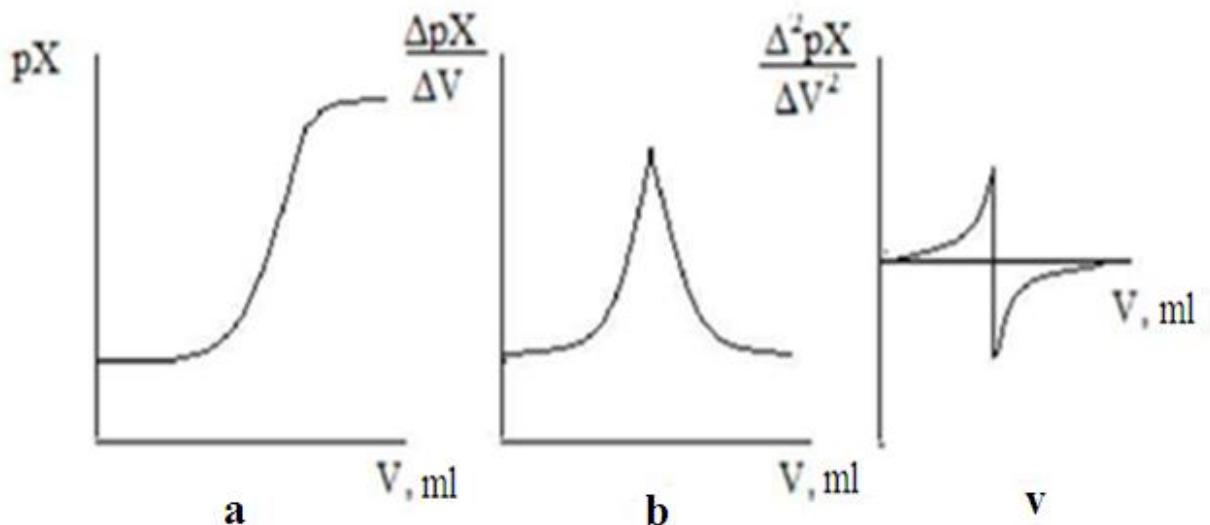
Kerakli indikatorli elektroddan foydalanib, ekvivalent nuqtani aniqlash qulaydir. Bu usul ayniqsa loyqa va rangli eritmalarni aniqlashda foydalidir. Potentiometrik usul titrlashning barcha turlari uchun ishlatalishi mumkin: kislatasos, redoks, kompleksometrik, yog'ingarchilik.



Biror narsani potentsial metrik usuli bilan aniqlashda quyidagilarni yodda tutish kerak:

- 1) usuli sezgirligi indikator elektrondning to'g'ri tanlovi bilan aniqlanadi;
- 2) nuqta yaqinidagi o'tish miqdori kattaroq bo'lsa, standart va sinov eritmalari konsentratsiyasi qanchalik yuqori bo'lsa;
- 3) atlamaning kattaligi zaif kislota yoki zaif tayanchning ionlash barqarorligiga, va qancha kattaroq bo'lsa, shunga mos keladigan muqovaga bog'liq;
- 4) ikki yoki undan ortiq moddalar aralashmali titrlashda, yuqori darajadagi ionlashtiruvchi modda, redoks potensiali, PR qiymati yoki olingan murakkab tarkibiyning barqarorligi birinchi titrlanadi;
- 5) Titrlash boshlanishida titragan katta qismlarga quyiladi va mos keladigan nuqta yaqinida (bu qurilma ko'rsatkichlarida katta o'zgarishlar ko'rsatiladi) standart eritma 0,2 ml dan ko'p bo'lmasa teng bo'laklarga quyiladi.

Titrlashning oxirgi nuqtasini aniqlash uchun turli usullardan foydalanish mumkin. (2.44-(a) rasm) pH ning qo'shilgan titandan chiqadigan hajmiga bog'liqligini ko'rsatishning eng oddiy usuli. Titrlashning oxirgi nuqtasi egri vertikal ko'tarilishiga mos keladigan qismning o'rta nuqtasi sifatidatavsiflanadi. Ammo bu usul har doim titrlashning oxirgi nuqtasini aniqlashga imkon bermaydi, ayniqsa moddalar yoki kichik qiymatlardagi moddalar aralashmasini titrlashda tegishli fizikkimyoviy parametr (doimiy beqarorlik, redoks salohiyati va boshqalar). Oxirgi nuqtani hisoblashning boshqa usullari titrant hajmining  $\Delta pX / \Delta V$  miqdori bo'yicha (2.44-(b) rasm) potentsial o'zgarishlarni aniqlaydi yoki titrning hajmining  $\Delta^2 pX / \Delta V^2$  bo'lgan (2.44-(v) rasm) ikkinchi nuqtadan iborat bo'ladi .



**2.44-rasm.** Titrlash egri chiziqlari

Ionomerler va pH metr potensial farqni aniqlash uchun o'lchovni sozlash uchun yuqori qarshilikli zavod tomonidan tayyorlangan voltmetrlardan foydalaniadi pH birliklari va millivolts. Bunday qurilma EV-74, pH-340, pH-510 "Expert-001" va boshqalarni o'z ichiga oladi. (elektron pH ni nazorat qilish uchun), platina (redoks potensialini nazorat qilish uchun), ion-selektiv kumush (halidlarni nazorat qilish uchun), kaliy, kaltsiy, florid va boshqalar kabi mos yozuvlar elektrod sifatida kumush xlor elektrodlari ko'proq ishlataladi.

1.  $\text{Ca}^{2+}$  ionlarining turli kontsentratsiyali  $\text{CaCl}_2$  eritmalri uchun  $\text{Ca}^{2+}$  selektiv elektrodingin elektrod salohiyati kumush xloridga nisbatan o'lchanadi:

$C(\text{Ca}^{2+})$ , mol/dm <sup>3</sup>	$1 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-4}$
E, mB	100,0	46,0	-7,0	-60,0

Olingan eritmada  $\text{Ca}^{2+}$  selektiv elektrodingin ( $E_x$ ) elektrod salohiyati 34,0 mV edi.

Namuna ichidagi kaltsiyning massa ulushini hisoblang. Berilgan:  $\text{Ca}^{2+}$  elektrod potensial o'lchov natijalari standart  $\text{CaCl}_2$  yechimlari selektiv elektrod qurish  $E-pC(\text{Ca}^{2+})$  koordinatalarida kalibrash diagrammasi (2.45-rasm). jadvaliga ko'ra  $E_x = 34,0$  mV  $pC(\text{Ca}^{2+}) = 2,25$  va  $C(\text{Ca}^{2+}) / \text{dm}^3 5,6 \cdot 10^{-3}$  mol.

Eritmada  $\text{Ca}^{2+}$  massasi :

$$m(\text{Ca}^{2+}) = C(\text{Ca}^{2+}) \cdot V \cdot A,$$

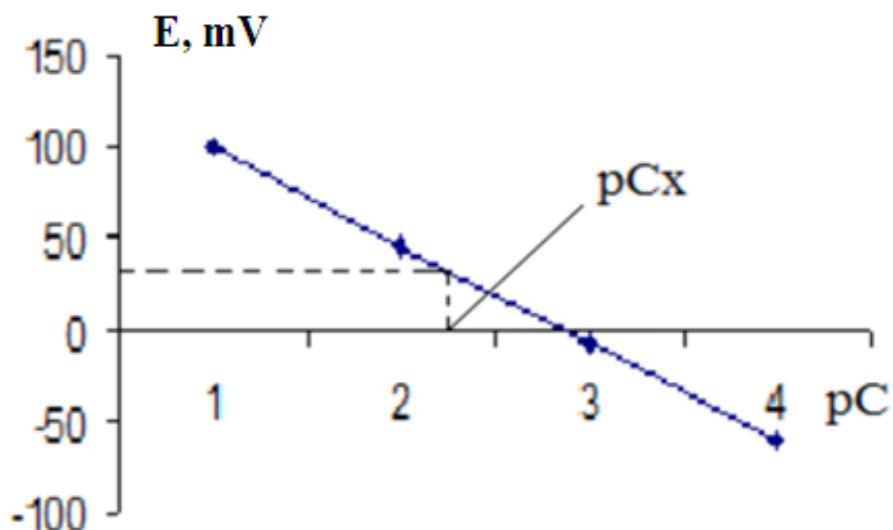
qayerda  $V - \text{sm}^3$  tayyorlangan eritma hajmi;  $A - \text{Ca}^{2+}$ , g / atom atomining massasi

$$m(\text{Ca}^{2+}) = 5,6 \cdot 10^{-3} \cdot 200 \cdot 40 = 44,8 \text{ mg}$$

tahlil tuzlarning  $\text{CaCl}_2$  dagi  $\text{Ca}^{2+}$  massa ulushi:

$$A = 40 / 111 = 0,36$$

Grafika yordamida hisob-kitoblarda standart va test eritmalarini eritmalarining doimiy ion kuchi bilan ta'minlash uchun bir xil miqdorda befarq elektritolit bilan aniqlanadi.



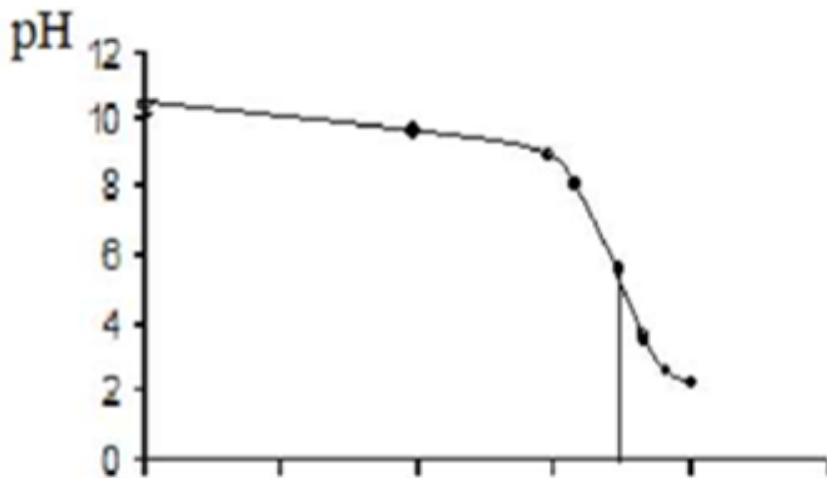
**2.45-rasm.** Kalibrash grafigi

2.  $20,00 \text{ sm}^3$  hajmli metilamin –  $\text{CH}_3\text{NH}_2$  eritmasi  $100,00 \text{ sm}^3$  ga teng hajmli shishada suyultirildi. Olingan eritmaning namunasi  $10,00 \text{ sm}^3$  ga teng bo'lib, shisha elektrod bilan  $0,1000 \text{ n HCl}$  bilan potentiometrik titrlanadi. pH-V koordinatalarida titrlash egri chizig'ini tuzamiz va quyidagi ma'lumotlardan foydalanib metilamin konsentratsiyasini aniqlaymiz:

$V_{\text{HCl}}, \text{sm}^3$	12,0	15,0	17,0	17,5	17,8	18,0	18,2	18,5	19,0
pH	10,36	9,96	9,43	9,17	8,28	5,99	3,28	2,84	2,58

Biz titrlash egri chizamiz: vertikal qismning o'rtaidan vertikal chiziq

tushiramiz.  $18,0 \text{ sm}^3$  li teng ekvivalent hajmi. HCl bilan metilamin reaktsiyasida  $\text{CH}_3\text{NH}_2 + \text{HCl} \leftrightarrow \text{CH}_3\text{NH}_3^+ \text{Cl}^-$  reaksiyasi davom etadi. Shuning uchun, metilaminning ekvivalenti 1 dir. Quyidagi formula bilan hisoblangan  $\text{CH}_3\text{NH}_2$  tarkibiga egri titrlash deyiladi



**2.46-rasm.** Egri titrlash

#### Nazorat savollari:

1. Potensiometriya tahlil qaysi tahlil usuliga kiradi?
2. Ishlatiladigan elektrodlar nomini ayting?
3. Potensiyometrik titrlash qaysi eritmalarini ishlatishda qo'llaniladi?
4. Potentsiametrik usuli bilan aniqlashda nimalarni yodda tutish kerak?

## 2.10. XROMATOGRAFIK TAHLIL

### XROMATOGRAFIYA USULINING UMUMIY XUSUSIYATLARI

Xromatografiya ko‘p komponentli aralashmalarni tarkibiy qismlarga ajratish va moddalarning fizik - kimyoviy xossalarni o‘rganish usuli tarzida juda keng qo’llaniladi. Bu usul murakkab tarkibli suyuq va gazsimon aralashmalarni tahlil qilishning samarali usulidir. Bu usulda qattiq moddalar suyuq yoki gazsimon holatga o‘tkazilgandan keyin tahlil qilinadi. Xromatografiya usuli faqat kimyoda va biologiyadagina emas, balki fan texnikaning boshqa ko‘pchilik sohalarida ham muvaffaqiyat bilan qo’llanilmoqda. Gaz xromatograflari Venera (Zuhra) atmos-

ferasiga tushirilgan asboblarda yaxshi ishladi. Tahlilning xromatografiya usuli ajratish va tekshirish usuli bo'libgina qolmay, u shuningdek ilmiy tadqiqot usuli hamdir.

### Zamonaviy xromotografik asbobi



Xromatografik usul kimyoviy birikmalar va ularning reaktsiyalarini o'rganish bilan bog'liq barcha sohalar uchun qimmatlidir. Ushbu uslub bilan hal qilingan asosiy muammolar quyidagilar.

- 1) murakkab aralashmaning uning tarkibiy qismlariga bo'linishi;
- 2) kimyoviy birikmalarning identifikatsiyalash va gomogenligini aniqlash;
- 3) murakkab aralashmaning bir yoki bir nechta komponentlarini miqdor jihatidan aniqlash;
- 4) molekulyar tuzilishini aniqlash.

Xromatografik usul juda ishonchli, agar u bu usul bilan ajralib turmassa, modda bir hil deb hisoblanishi mumkin.

Adsorbsiyalash xromatografik ajratish usuli suyuq yoki gazsimon fazani qattiq bir qatlamli sorbent qatlami (qattiq faz) orqali, ya'ni alohida elementlardan tashkil topgan - donalar yoki katta miqdordagi tolalar bilan qoplangan elyaflardan iborat. Ajralish natijalari adsorbsiya yoki kinetikadan kam farqlanadi. Xromatografik kolonda ajratilgan aralashmani sorbent qatlami orqali olib o'tishda dastlabki

emissiya va desorptsiya harakati ko'p marta takrorlanadi. Ushbu jarayonlarni ko'p marta takrorlash xromatografik usulning xarakterli xususiyati bo'lib, murakkab aralashmalarni juda o'xhash xususiyatlarga ega bo'lish uchun zarur shart-sharoitlarni yaratadi. Sovutish quvvati, aralashmaning bir yoki bir nechta tarkibiy qismiga, hamda adsorbentning kimyoviy va fizik tarkibiga bog'liq.

Xromatografik usulda turli yo'nalishlar mavjud.

*Ion almashinuvi xromatografiyasi* eritmada ionlar almashinuvi fenomeniga va qattiq adsorbent tomonidan so'rilgan ionlarga asoslangan.

*Adsorbsiya xromatografiyasi* Aralashmalarning tarkibiy qismlari va tuzilishining o'ziga xos xususiyatlari bilan bog'liq bo'lган turli adsorplanishga asoslanadi.

*Tarqatish xromatografiyasi* Ikkita aralashmagan hol qiluvchi o'rtasida tarqalgan moddalarni taqsimlash hodisasiga asoslanadi, ya'ni Mobil va statsionar ikkita aralashmagan suyuqlik bosqichlari o'rtasida aniqlanadigan moddalarning taqsimlanishi koeffitsientlari farqlanadi.

*Cho'kindi xromatografiyasi* hosil bo'lган cho'kindilarning erishi.

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

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

1. Qo'zg'almas va harakatchan fazalarni fizik tabiatga qarab suyuqlik xromatografiyasi (xarakatchan faza suyuq bo'lganida) va gaz xromatog-

rafiyasi (xarakatchan fazalar bo‘lganida), suyuqlik xromatografiyasini o‘z navbatida qo‘zg‘almas fazani agregat holatiga qarab qattik- suyuq fazali xromatografiga (KSX), ( qo‘zg‘almas fazada qattiq modda) va suyuq fazali xromatografiga (SSX) (qo‘zg‘almas fazasi suyuqlik) ajratish mumkin. "Suyuqlik-suyuqlik" xromatografiyasi (SSX) ko‘pincha taqsimlovchi xromatografiya deb yuritiladi.

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

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

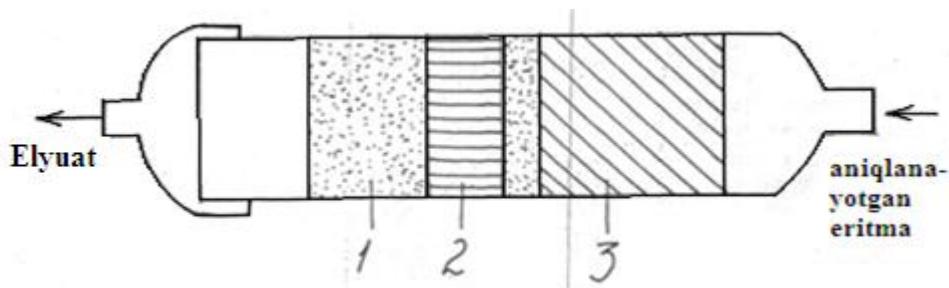
3. Xromatografiyalash usullari bo‘yicha frantal’ ochiltirish (elyuat) va siqib chiqarish xromatografiyalariga bo‘linadi. Tahlilda ko‘pincha ochiltirish usuli qo‘llaniladi.

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

Xromatografik tahlilning mohiyati quyidagilardan iborat. Kolonkaga (sorbentning yupqa qatlamiga, yoki qog‘oz lentaga) ajratiladigan aralashmadan ozgina (qo‘zg‘almas faza) sig‘imdan juda kichik hajmda solinadi. Aralashmaning tarkibiy qismlari sorbentning yuqori qatlamlarida (tekis yuzadaga xromatografiyada esa namuna solinganjoyda.) yutila boshlaydi. Bunda yaxshi yutilmaydigan komponent kalapka bo‘ylab keyingi qatlamlarga (qog‘ozda dog‘ning chekkalari tomon) yaxshi yutiladiganlariga nisbatan kattaroq tezlik bilan o‘tadi. Dastlabki

xromatogramma hosil bo‘ladi, unda aralashma tarkibiy qismlarga hali to‘liq aralashmagan bo‘ladi. Aralashmani tarkibiy qismlariga to‘liq ajratish uchun dastlabki xromatogrammani ochiltirish (aralashma tarkibiy qismlarini erituvchida eritish) kerak. Buning xromatografik kolonka biror erituvchi bilan yuviladi. Xromatogramma ochiltirilganda aralash zonalar alohida zonalarga ajraladi, ularning har birida alohida modda bo‘ladi, keyin bu zonalar kolonka bo‘ylab aralashib ketadi (2.47-rasm). Bunda qo‘zg‘almas va harakatchan fazalar orasida taqsimlatish koeffitsiyenti katta bo‘lgan moddalar kolonka bo‘ylab tezroqharakatlanadi va kolonka harakatchan faza bilan yetarli darajada yuvilganda kolonkadan birinchi bo‘lib chiqadi. Kolonkadan chiqayotgan elyuat filtrat tarkibida aralashmaning alohida komponentlari bo‘ladi, ularni biror idishga yig‘ish va mos keluvchi usullar bilan tekshirish mumkin. Xromatografik kolonkaning uzunligi ajratish sharoitlarini tanlashda muhim ahamiyatga ega, chunki u kolonkaning samaradorligi va tanlovchanligiga, tahlilning davom etish muddatiga ta’sir ko‘rsatadi. Kolonkaning uzunligi ikki marta oshirilganda tahlil vaqt ham ikki marta ortadi, ajratish mezoni esa kolonka uzunligining kvadrat ildizdan chiqarilgan qiymatiga mutanosib ravishda ortadi. Xromatografik qurilmalarda ishlatiladigan kolonkalarning uzunligi 15-150 sm gacha (10 m gacha yetadiganlari ham bor), diametri 2 dan 12-15 mm gacha bo‘ladi.

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



**2.47-rasm.** Xromatografik kolonka: 1-absorbent (yutuvchi modda), 2,3-

harakatchan (tekshirilayotgan) faza.

Kalta kolonkalar odatda to‘g‘ri yoki U simon shaklda tayyorlanadi. Ularning uzunligi 3-4 mdan ortiq bo‘lganda spiralsimon qilib tayyorlash tavsiya etiladi.

Kolonkalar yupqa devorli shisha naylardan yoki zanglamaydigan po‘latdan yasaladi. Shisha naylar ishlatish kolonkalarning sorbent bilan to‘ldirishini ko‘z bilan ko‘rib nazorat qilish imkonini beradi.

Kolonkalar adsorbent bilan bir tekisda va birxil zichlikda to‘ldirish muhim ahamiyatga ega.

Shuning uchun adsorbent donachalari sferik shaklga hamda bir xil diametrga (10-20 mkm) ega bo‘lishi kerak.

Bunday donalar kolonkaning barcha hajmi bo‘ylab bir tekis va zichroq joylashadi. Adsorbent kolonkada zich joylashganda harakatchan faza va namuna ko‘ndalang yunalishda yaxshi siljiydi, shuningdek, suyuqlik oqimining tezligi o‘zgarmay bir xilda saqlanib turadi.

Kolonkaga kiritiluvchi namunaning hajmi adsorbentning joylashish zichligiga va donachalarining o‘lchamiga ham bog‘liq. Donachalar o‘lchamining kichrayishi va joylashtirish zichligi ortishi bilan namuna hajmi ortadi va odatda 1 dan 10 sm/s ni tashkil qiladi. Namuna kolonkaga dozator yordamida kiritiladi. Dozator namunani aniq miqdorda o‘lchab olib, xromatografik kolonkaga kiritish uchun ishlatiladigan asbobdir. Dozatorga quyiladigan asosiy talablardan biri kiritiladigan namunalar o‘lchamini va ularni kolonkaga kiritish sharoitlarini bir xilda saqlashdan iborat. Bundan tashqari, kolonkaga namuna kiritish kolonkaning xromatografik qurilma boshqa qismlarning ishlash sharoitini keskin o‘zgartirmasligi, dozatorning ichki yuzasi esa namunaga nisbatan adsorbsion va katalitik faol bo‘lmasliga kerak.

Gazsimon va suyuq namunalar xromatografik kolonkaga, odatda, maxsus shprislар vositasida, kiritish joyida kauchuk membranani (pardani) teshish yo‘li bilan kiritiladi. Bunda gazsimon namunalar uchun gaz shprislari va suyuq namunalar uchun mikroshprislар ishlatiladi. Mikroshprislар xromatografga mikrolitrning ulushlaridan tortib, to o‘nlab mikrolitrlar hajmida namuna kiritishga

imkon beradi. Ba'zan laboratoriya amaliyotida dozator sifatida meditsina shprislaridan foydalaniladi.

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

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

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

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

#### **Nazoratsavollari:**

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

## **2.11. KONDUKTOMETRIK USULNING NAZARIYASI**

Elektr o'tkazuvchanligini o'lchashga asoslangan tahlil usuli konduktometriya deb ataladi.

Konduktometriy - bu eng eski fizik-kimyoviy tahlil usullaridan biri hisoblanadi. Konduktometrik tahlil usullari, to'g'ridan-to'g'ri va bilvosita aniqlash usulida qo'llaniladi.

**Elektr o'tkazuvchanligi.** Elektr energiyasi bilan ishlovchi zarralarning tabiatiga qarab, o'tkazgichlar birinchi turdag'i konstruktorlarga bo'linadi - elektronlar elektr energiyasi bilan o'tkaziladi va ikkinchi turdag'i konstruktorlar - bu ionlar elektr energiyasi bilan o'tkaziladi. Agar vosita R ning qarshiligi bo'lsa, uning elektr

o'tkazuvchanligi W tengdir.

$$W = \frac{I}{R} \quad (1)$$

Elektr o'tkazuvchanlik o'lchov birligi qarshilik o'lchov birligining teskari tomoni ekanligi ochiq-oydin; Elektr o'tkazuvchanligi teskari OMAX ( $OM^{-1}$ ) o'lchanadi.

Fizika va fizika-kimyoviy ma'lumotlarga asoslanib, bir nechta tenglamalar keltirish mumkin:

$$R = c \frac{L}{S} \quad (2)$$

$$W = \frac{I}{R} = \frac{I}{c} \cdot \frac{L}{S} = x \cdot \frac{L}{S} \quad (3)$$

bu erda : c - qarshilik; x - o'tkazuvchanlik; S - O'tao'tkazuvchilar tasavvurlar maydoni; L - O'tao'tkazuvchilar uzunligi.

Solishtirma qarshilik deb, 1 sm uzunlikdagi va 1  $sm^2$  yuzaga ega bo'lgan moddadagi ko'ndalang qarshilikka aytiladi. Solishtirma qarshilikka teskari bo'lgan kattalik esa solishtirma elektro'tkazuvchanlik deb ataladi.

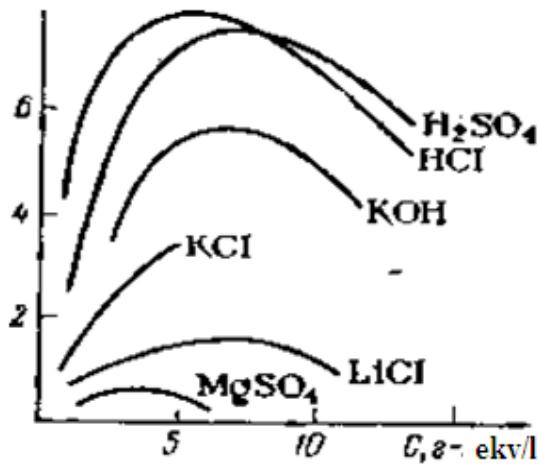
Sof moddalarning o'tkazuvchanligi uning tabiatiga, haroratiga va eritmaning o'tkazuvchanligiga va uning kontsentratsiyasiga bog'liqdir.

Ma'lum elektr o'tkazuvchanligining haroratga bog'liqligi quvvatli ketma-ketlik bilan ifodalanishi mumkin, unda fizik-kimyoviy tahlilning amaldagi maqsadlari uchun dastlabki uchta a'zo bilan cheklash yetarli:

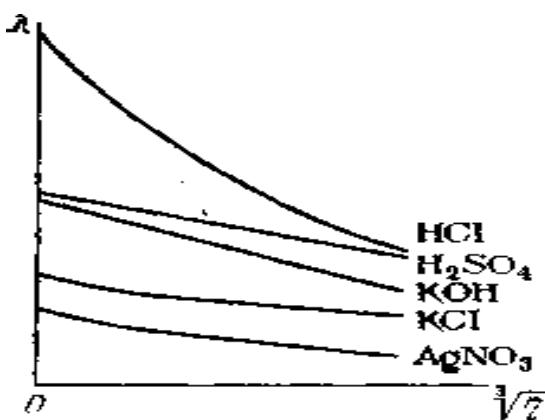
$$X = x_0(1 + \delta t + \beta t^2) \quad (4)$$

bu erda  $\delta$  va  $\beta$  eritmaning xarakteriga va uning konsentratsiyasiga bog'liq koeffitsientlaridir.

Ko'p hollarda chastotali o'lchovlar doimiy haroratda o'tkazilganligi sababli fizik-kimyoviy usullar qo'llanilishida kamdan-kam hollarda qo'llaniladi.



2.48 -rasm. Solishtirma elektro'tkazuvchanlikning konsentrasiyaga bog'liqligi



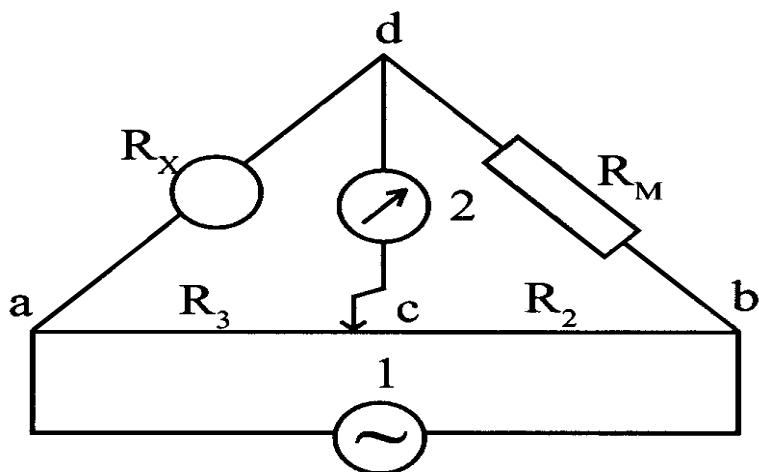
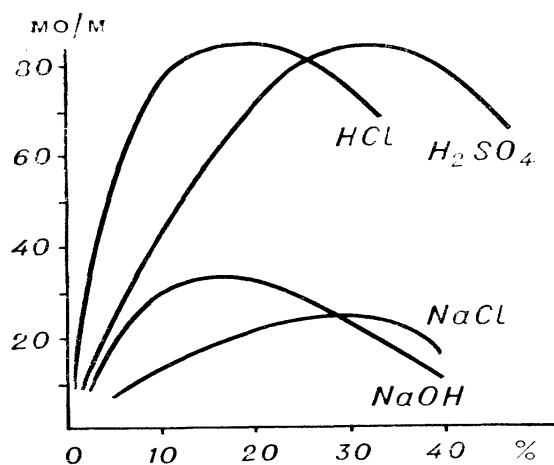
2.49 -rasm. Elektro'tkazuvchanlik ekvivalentini konsentrasiyaga bog'liqligi

Bunday holda, agar kerak bo'lsa,  $p_0$ ,  $\delta$  va  $\beta$  koeffitsientlarining qiymatlari topiladi.

Elektr o'tkazuvchanlik konsentratsiyaga bog'liqligi grafik jihatdan ifodalanishi mumkin;

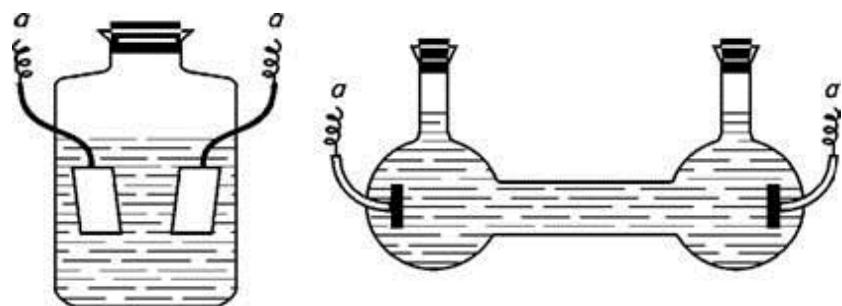
Kuchsiz elektrolit - sirka kislotaning elektr o'tkazuvchanligi  $HCl$  va  $KOH$  eritmalarining elektr utkazuvchanligiga (2.48 va 2.49-rasm) nisbatan anchagina kam. O'rtacha yuqori konsentratsiya eritmalarda konsentratsiyaning ortishi bilan elektr o'tkazuvchanlikning ortib borishi ionlar miqdorining ortib borishi tufayli bo'ladi, lekin konsentratsiyalangan eritmalarda elektr o'tkazuvchanlikning pasayishiga olib keluvchi boshqa jarayonlar xam sodir bo'ladi. Konsentrlangan eritmalarda ionlar o'rtasidagi o'zaro tasirida kuchlari ko'payadi va natijada ionlar assotsiativno yoki ion juftlari xosil býlib, ular eritmaning qovushoqligini orttiradi va xarakat-lanish tezligini kamaytirib boshqa effektlar xam yuzaga keladi.

Analitik ulchashlar uchun egri chizikning solishtirma elektr o'tkazuvchanlik ortib boradigan qismidan, yani suyultirilgan va konsentrlangan eritmaga to'g'ri keladigan qismidan foydalilanadi. Elektrolitning konsentratsiyasi kamayishi bilan ekvivalent elektr o'tkazuvchanligi xam kamayadi.



Konduktometrik aniqlashlarning prinsipial sxemasi.

Bu generotordan o'zgaruvchan tok bilan taminlanovchi oddiy UINSTON ko'rikchasiidan iborat. Bunda doimiy tok ishlatib bo'lmaydi. Chunki u eritmaning elektrolizini sodir kidali.



Konduktometrik o'lchashlarda ishlatiladigan yacheyka.

Ma'lum elektr o'tkazuvchanligining kontsentratsiyaga bog'liqligini 1- rasmda keltirilgan. Bu rasmdan ko'rinib turibdiki, ko'p elektrolitlar 5 dan 10 g - EKV/ 1 gacha bo'lgan konsentratsiyada maksimal elektro'tkazuvchanligiga ega bo'ladi.

Ko'p hollarda, o'tkazuvchanlik o'rniga, ekvivalent va molyar o'tkazuvchanliklardan foydalanish kerak.

Ekvivalent yoki molyar elektro'tkazuvchanlik deb, 1 sm<sup>3</sup> yuzdag'i gramm-ekvivalentlar yoki gramm-mollarda ifodalanadigan solishtirma elektr-o'tkazuvchanlikka aytildi.

Elektr o'tkazgichlarining bu qiymatlari o'rtasida oddiy bog'liqlik mavjud:

$$\Pi = \frac{X}{\eta} \quad (5)$$

va

$$M = \frac{\eta}{\phi} \quad (6)$$

Elektr o'tkazuvchanligi kabi, molyar va ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik haroratga, moddaning tabiatini va uning kontsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi. Molyar va mos keladigan elektr o'tkazuvchanliklarning konsentratsiyaga bog'liqligi muhimdir. Ko'pgina elektrolitlar uchun bu bog'liqlik tenglama bilan ifodalanishi mumkin:

$$\Pi = \Pi_{\infty} - a \sqrt[3]{\eta} \quad (7)$$

a - doimiy.

(2) formulada  $\Pi$ -ning bog'liqligi  $\sqrt[3]{\eta}$  da ko'rsatilgan. Ulardan ko'rinish turibdiki, bu ,og'liqlikning to'g'riliqi biroz sindirilib, yuqoridagi tenglikning yaqinlashishini ko'rsatadi. Konsentratsiyadagi pasayish bilan - cheksiz katta dilbsyon - elektrolitlar va haroratga qarab, teng elektr o'tkazuvchanligi doimiy qiymatga ega -  $\Pi_{\infty}$ . Ushbu miqdor cheksiz suyultirish yoki maksimal elektr o'tkazuvchanligi deb ataladi (ba'zan  $\Pi_0$  bilan belgilanadi).

Cheksiz dilbsyon bilan teng bo'lgan ekvivalentlik, tarkibini bir qismi bo'lgan anion va kation tabiatiga qarab, ikki atamalarining yig'indisi sifatida ifodalash mumkin:

$$\Pi_{\infty} = U + V \quad (8)$$

Bu atamalar ionlarning yoki ularning harakatchanliklarining cheklangan ekvivalent elektr o'tkazuvchanligi deb ataladi. Shunday qilib, chekli efektli elektr o'tkazuvchanligi ionlarning harakatlanish yig'indisiga teng. Ion harakatchanlik qiymatlari suyultirilgan probirkalarning elektr o'tkazuvchanligini hisoblashda juda

tez ishlatalishi kerak. Ionlarning harakatlanish qiymatlari har qanday ma'lumotnomada mavjud. Kationlar va anionlar uchun 35 dan 70 OM<sup>-1</sup>g-EkV<sup>-1</sup>sm<sup>2</sup> oralig'ida, ular faqat ikkita ion uchun bu qiymatlardan oshib ketadi:

$$H + V = 315 \text{ va } OH - V = 174 \quad (9)$$

Tenglama (9) dan shuni yaqqol ko'rish mumkinki, elektr o'tkazuvchanligi va konsentratsiyasining tengligi o'rtasida murakkab bo'lsa ham aniq bog'liqlik bor. Xuddi shu bog'liqlik o'ziga xos va molyar o'tkazuvchanlik uchun mavjud. Bu holat bizga konduktometrik fizik-kimyoviy tahlil qilishning to'g'ridan-to'g'ri usuli sifatida ishlashiga imkon beradi va tahlil qilingan eritmaning konsentratsiyasi elektr o'tkazuvchanlik qiymati bilan bevosita aniqlanadi.

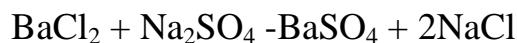
Masalan, CaO tarkibiga qarab toza ohak suvining o'ziga xos elektr o'tkazuvchanligi quyidagicha o'zgaradi:

CaO tarkibi, g / l.	.....	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2
X·10 <sup>3</sup> OM <sup>-1</sup> ·Sm <sup>-1</sup>	.....	1.62	3.13	4.57	5.96	7.50	8.60

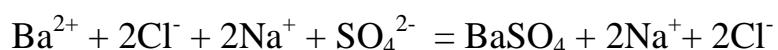
Konsentratsiyaning elektr o'tkazuvchanligiga bog'liqligini va tahlil qilingan CaO eritmasining elektr o'tkazuvchanligini topish grafikasini yaratib, uning kontsentratsiyasini jadvalga muvofiq topishingiz mumkin. Shunga qaramasdan, eng kichik qatlamlar elektrokimyoviy o'tkazuvchanlikni sezilarli darajada o'zgartirib, tahlil natijalarini buzib ko'rsatishi kerak. Ushbu usul laboratoriya amaliyotida cheklangan foydalanishga ega, ammo turli xil kimyoviy ishlab chiqarish jarayonlarini avtomatik boshqarishda ishlataladi.

### **Konduktometrik titrlash.**

Tahlil qilish amaliyotida konduktometrik titrlash usuli keng tarqalgan. Bu usul eritmaning elektr o'tkazuvchanligi sezilarli o'zgaradigan yoki ekvivalentlik no'qtasidan keyin keskin o'zgaradigan (ko'pincha ortadigan) kimyoviy reaksiyalardan (kislota) Ba<sup>2+</sup> ionlarini SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> ionlari bilan biriktirishga misol qilib, reaksiya davomida elektr o'tkazuvchanlik qanday o'zgarganini ko'rib chiqaylik:



yoki



Agar konsentrangan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  eritmasi  $\text{BaCl}_2$  eritmasiga qo'shilsa,  $\text{Cl}^-$  - ion eritmadagi o'zgarishsiz qoladi;  $\text{BaSO}_4$  ni tashkil etuvchi eritma, sezilarli darajada ion hosil qilmaydi va elektr o'tkazmaydi. Natijada, eritmada  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  qo'shilishi natijasida  $\text{Ba}^{2+}$  ioni ( $V = 55$ )  $\text{Na}^+$  ioni bilan almashtiriladi ( $V= 43,5$ ). Eritmaning o'tkazuvchanligi pasayadi, chunki harakatlanuvchi ionning o'rnini yanada kamroq harakatlantiradi va eritmaning umumiy hajmi ortadi. Elektr o'tkazuvchanligidagi bu kamayish, aniqrog'i, eritmadagi bariy ionlarining barcha eritmasigacha paydo bo'ladi (2.50-rasm). Shundan so'ng  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  qo'shilishi eritmaning elektr o'tkazuvchanligini sezilarli darajada ko'paytiradi, chunki eritmadagi elektrolitlar konsentratsiyasi ortadi. Tizimda bir grafikni qurish orqali ma'lum elektr o'tkazuvchanligi –  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  eritmasining hajmi xarakterli egri Y ga erishamiz (3-rasm).

Chiqish nuqtasi titrlashning ekvivalent nuqtasidir. Ekvivalent nuqta va ishning titrini bilish  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  eritmasining tarkibini  $\text{BaCl}$  ning eritmasida osonlik bilan hisoblash mumkin.

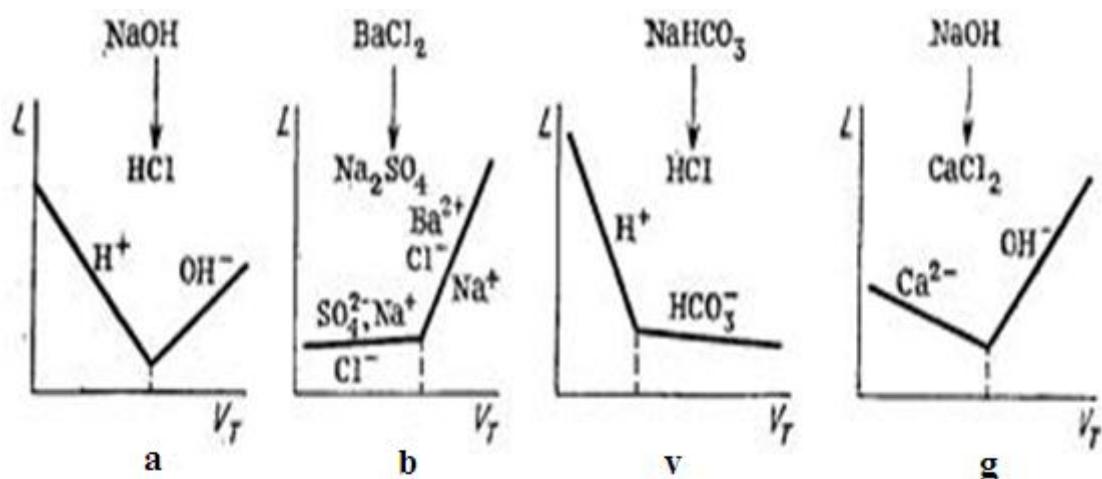
Ushbu turdagи egri chiziqlar barcha hollarda olinadi, ko'proq harakatchan ion o'rnini kamroq harakatlanadigan ionlar oladi. Masalan, kuchli neytrallashda kislotalar bilan kuchli asoslar ta'sirlashganda juda harakatchan  $\text{H}^+$  ionlari o'rnini - kamroq harakatchan metall ioni egallaydi.

Elektr o'tkazuvchanlik bevosita o'lhash laboratoriyalarda distillangan suvning nozik kimyo deb ataluvchi sanoat va farmatsevtika korxonalarida issiqlik texnikasida eng samarali usuldir.

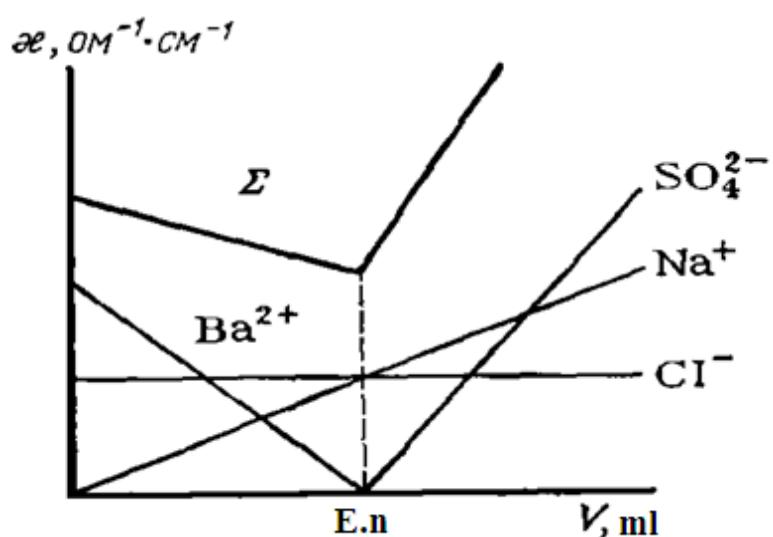
Konduktometrik datchiklar kimyo to'qimachilik, oziq ovqat sanoatlarining bazi tarmoqlarida gidrometallurgiyada ishlab chiqarishni avtomatlashtirilgan usulda nazorat qilishda muvaffaqiyat bilan qo'llaniladi. Po'lat va metallar tarkibidagi uglerodning oz miqdorini aniqlashning konduktometrik usuli ishlab chiqilgan usul namunani kislorod oqimida yondirish  $\text{SO}_2$  ni va  $(\text{OH})_2$  eritmasiga yuttirish va eritmaning elektr o'tkazuvchanligini aniqlashdan iborat.

Konduktometrik titrlashda elektrodlar botirilgan yachevkaga taxlil qilinadigan eritma solinadi. Yachevka magnitli aralashtirgich ustiga o'rnatilgan va tegishli titrant bilan titrlanadi. Titrant bir xil miqdorda ko'shiladi. Uning xar bir ulushi

qýshilgandan keyin eritmaning titrant xajmiga bogliqlik grafigi tuzilgan.



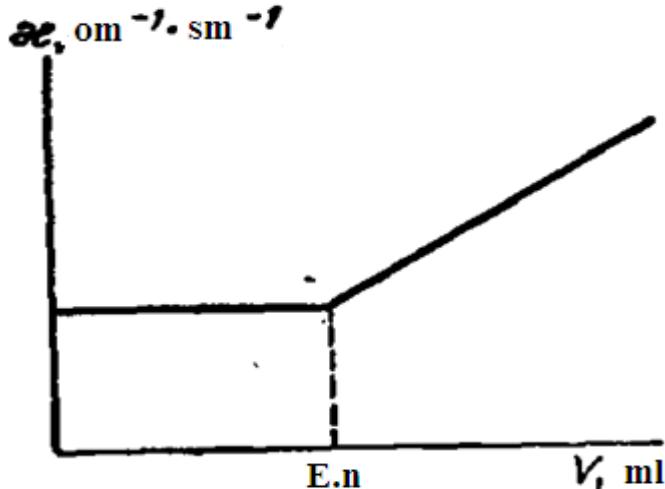
**2.50-rasm.** Konduktometrik titrlashda elektr o'tkazuvchanlikni titrant xajmiga bogliqligi.



**2.51 -rasm.**  $\Sigma$ - bariy xloridni natriy sulfat bilan konduktometrik titrlash egri chizig'i va titrlash jarayonida ionlarning elektr o'tkazuvchanligi miqdorini hisobga olgan holda fraktsiyalarda-  
gi o'zgarishlari.

Quyidagi misolda dastlabki hal ikkita bo'ladi  $Ba^{2+}$  va  $Cl^-$  ionlari qo'shildi titrlangan  $Na^+$  va  $SO_4^{2-}$ , bariy ionlari cho'kindilardagi eritmadan chiqariladi (2.51-rasm), va shuning uchun, unvon sifatida ularning elektr o'tkazuvchanligiga qo'shgan hissasi eritma o'chadi. Xlor ionlari eritmada o'zgarmagan qoladi, va shuning uchun

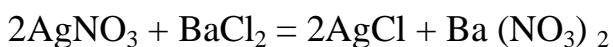
ularning hissasi o'zgarishsiz qolmoqda.



**2.52 -rasm. Kumush nitratni baryi xlor bilan titrlash egri chizig'i.**

Siz qo'shganingizdek eritmada natriy ionlarining titralari paydo bo'ladi, eritmaning o'tkazuvchanligi. Keyin ekvivalent nuqtalari keraksiz  $\text{SO}_4^{2-}$ -ionlari ham paydo bo'ladi.

Barchaning elektr o'tkazuvchanligini jamlash har bir daqiqada eritmaning ionlari jami egri titrlashda olinadi (2.52-rasm). Boshqa ishni ko'rib chiqing  $\text{BaCl}_2$  ning  $\text{AgNO}_3$  eritmasi reaksiya paydo bo'ladi:



$\text{Ag}^+\text{HOH}$  ( $V = 54$ ) titrlanganda,

o'rmini  $\text{Ba}^{2+}$  ion ( $V = 55$ ) bilan almashtiradi.

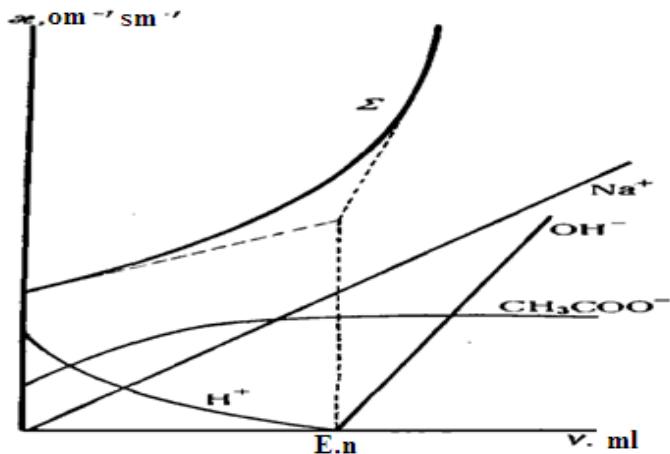
Albatta, u umumiy elektr o'tkazuvchanligiga juda oz ta'sir qiladi. Bu holatda, butun titrlash vaqtida yetib borguncha ekvivalent nuqta, eritmaning elektr o'tkazuvchanligi qoladi o'zgarmagan va undan keyin  $\text{BaCl}_2$  ning ortiqcha darajasi keskinlikka olib keladi.

Konduktrometrik titrlashda elektr o'tkazuvchanligi ko'pincha ekvivalent nuqta va ushbu nuqtadan ortadi. Bunday hol, masalan, titrlash paytida paydo bo'lishi mumkin  $\text{HCl}$  ning  $\text{AgNO}_3$  eritmasi, titrlash jarayonida kamroq  $\text{Ag}^+\text{-HOH}$  o'zgaruvchan  $\text{H}^+$  ioni bilan almashtiriladi.  $\text{NaOH}$  kabi kuchli alkali kislotalar mantiqiy hodisa zaif sirka titrlash jarayonida ro'y beradi.

Yuqoridagi misollarda, barcha birikmalarining qabul qilinishi nazarda tutilgan

tegishli reaktsiyalar deyarli butunlay ajralib turadi (kuchli elektrolitlar), oxirgi misolda, sirka kislotasining aralashuvi ( $\delta = 0,013$ )ga tengnatriy asetatning aralashmasi ( $\delta = 0,73$ ) juda kichik. Shuning uchun, reaksiyaning kuchli ekanligi mobil  $H^+$ -ion ( $V = 315$ ) almashtirildi kamroq  $Na^+$  ionini hosil qildi ( $V = 42,6$ ) elektrokimyoviy ajralish darajasi o'tkazuvchanlik pasaymaydi, balki ko'tarilish. Sirka kislotasining eritmasida  $H^+$  va  $CH_3COO^-$  ionlarining ko'pligi solishtirilganda juda past darajada dissosiatsiya tufayli va elektr o'tkazuvchanligi nisbatan kichikligi ko'zatiladi.

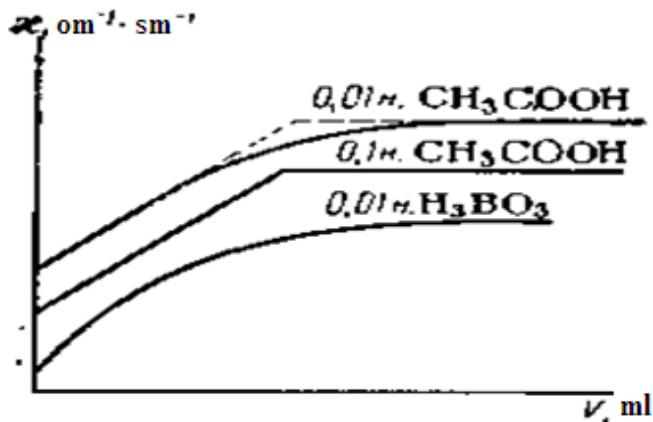
Neytral sifatida natriy asetat hosil bo'ladi, bu amalda butunlay ajraladi, shuning uchun ham asetat ionlarining miqdori o'tkazuvchanligi doimiy emas balki ko'payadi (2.53-rasm). Suvli ion eritmasining elektr o'tkazuvchanligiga qo'shgan hissasi neytral sifatida yuzaga kelganligi sababli noaniq shaklda o'zgarishlarga olib keladi va sirka kislotasining konsentratsiyasi kamayadi, ajralish darajasi ortadi. Jami egri chiziqlar, elektr o'tkazuvchanligi murakkab shaklini va mos keladigan ekvivalent nuqta topiladi ba'zan ekvivalent nuqta qiyinchilik bilan belgilanadi. Ba'zi hollarda umumiyl datchimetriklarda ekvivalent nuqtasini kesishishi bilan aniqlash mumkin, ba'zi hollarda titrlash jarayonida birinchi navbatda, keyinchalik ekvivalent nuqtadan keyin paydo bo'lishi mumkin bo'ladi.



**2.53-rasm.** Sirka kislotasini natriy gidroksid bilan (2) titrlashning egri chizig'i va fraktsiyasidagi ionlarning titrlash jarayonida elektr o'tkazuvchanligi.

Ushbu turdag'i egri yarim- Sirka kislotasini ammiak eritmasi bilan titrlash uchun ishlataladi. Ekvivalent nuqtaga qadar mobil  $H^+$ -ion ( $V = 315$ ) almashtiriladi kamroq

mobil  $\text{NH}^+$ -ion ( $V = 63,6$ ), va suv miqdori kamayishi kerak edi, lekin bu bilan birga nisbatan oz ajratilgan sirka kislotasi aylanadi ko'proq ajratilgan ammoniy asetatichiga tarqaladi. Jami bu hodisalarning ta'siri elektr energiyasida yengil o'sishi titrlash jarayonida o'tkazilishi sababli bo'ladi.



**2.54-rasm.** Kuchsiz kislota ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  va  $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) kuchsiz asos bilan titrlanganda konduktometrik titrlash egri chiziqlari.

Komplekslash jarayoni super o'tkazuvchilar o'zgarishi eritma paydo bo'lishi mumkin. Bu shunday elektr chiziqlar emas chunki ular ajralmagan ko'pchilik murakkab moddalar, ayniqsa, xelated. Bu borada titrlash o'tkazuvchanlikdagi o'zgarish yuz beradi, va ekvivalentlik nuqtasida egri burmasi mavjud. Ba'zan turli xil komplekslarning shakllanishida qo'llaniladi. Bu kabi ko'plab sabablar bo'lishi mumkin. Shunga qaramasdan, simmetrik titrlash chiziqlaridagi keskin burilishlar (2.51 va 2.52-rasm) juda kam hollarda olinishi mumkin; ko'p hollarda ekvivalentlik nuqtasida etarlicha tekis burilish hosil bo'ladi (2.53-rasm). Bunday egri chiziqlari ekvivalent nuqtasi egri tekis qismlarini kesishguncha davom etadi.

Ba'zan, ayniqsa suvli bo'lмаган erituvchilarni titrlashda, titrlash jarayoni murakkab shakllanish hodisalari bilan murakkablashadi. Bu holda titrlash egri juda murakkab shaklga ega va ekvivalent nuqta deyarli aniqlanmaydi.

Kondomometrik titrlashda neytrallanish, yog'ingarchilik va murakkab shakllantirish usullari qo'llanilishi mumkin. Barcha holatlarda titrlash egri chizig'i reaktiv kislotalar va asoslarning dissociatsiya sobitlariga, hosil bo'lgan cho'kindining eruvchanligi mahsulotlariga, hosil bo'lgan komplekslarning ajralish sobitligiga va

titrlangan konsentratsiyaga bog'liq. Tarkibida kuchli kislota yoki tayanch ishlatilganda neytrallash usuli bilan aniq titrlash egri olish uchun amalda aniqlanganki,  $CK > 5 \cdot 10^{-7}$  holatining saqlanishi shart.

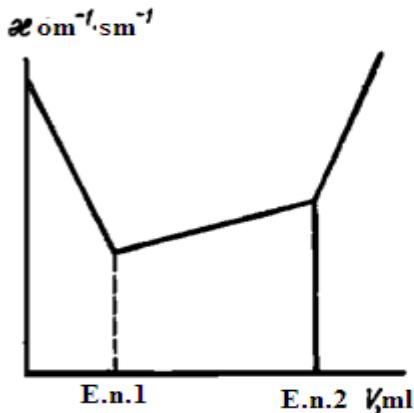
Dissociatsiya susayib turadigan narsa hal qiluvchi xususiyatiga juda bog'liq, shuning uchun ko'pincha suvsiz muhitda bunday zaif kislotalarni tuzatish mumkin, bu suvda titrlanmaydi. Super o'tkazuvchi chiziqlar jarayonida katta darajada buzilish titrlash jarayonida hosil bo'lgan tuzlarning gidrolizlanishini keltirib chiqaradi.

Datchometrik yog'ingarchilik miqdori titrlashda titrlash egri cho'kmaning qisman eruvchanligi sababli buziladi. Cho'kmanin qadar katta bo'lsa, uning eruvchanligi va shu nuqtada o'tishning kamroq kesilishi tufayli ekvivalent nuqta elektr o'tkazuvchanligini oshiradi. Yaxshi titrlash natijalariga erishish uchun cho'kma ustidagi to'yingan eritmaning o'tkazuvchanligi eritmaning o'tkazuvchanligining 1% dan oshmasligi kerak, bu yomg'ir ta'siri ostida qolgan barcha ionlarning 50% ni tashkil etadi. Bu shart ionlarning eruvchanligi mahsuloti  $AB < 2,5 \cdot 10^{-5}$  turdag'i tuzlar uchun va  $A_2B < 2,5 \cdot 10^{-7}$  turdag'i tuzlar uchun bajarilgan taqdirda bajariladi.

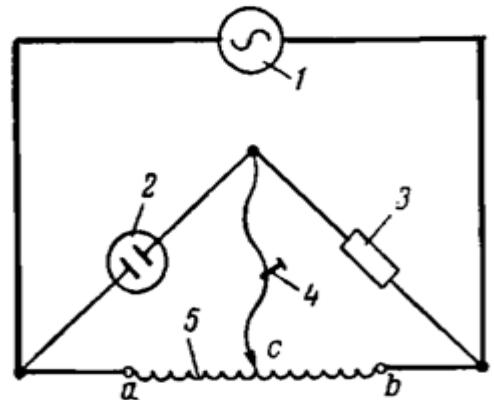
Yomg'ir usulini qo'llagan holda o'tkaziladigan metodik titrlashda odatdag'i analitik yog'ingarchiliklar natijasida, masalan, eritma eritmasidan ionlarning adsorbsiyasi yoki cho'kma tuzilishining noaniqligi tufayli xato paydo bo'lishi mumkin (2.55-rasm). Ba'zi hollarda cho'kma hosil bo'lish nisbati bilan hisoblash kerak. Agar bu tezlik past bo'lsa, elektr o'tkazuvchanligi o'zgarishi juda sekin: ba'zan cho'kindining har bir qismini qo'shgandan so'ng, doimiy elektr o'tkazuvchanligini o'rnatish uchun 5-10 daqiqa davom etadi. Demak, bu holatda kondomometrik titrlashning ishlatilishi barcha ma'nolarni yo'qotadi.

Kuchli qorishmalar, masalan, kuchli va zaif kislotalarning aralashmasi, xloridlar va bromidlarning aralashmasi va boshqalar. Kabi o'tkazuvchanlik usulida tahlil qilinishi mumkin. Bunday holda, ikkita ekvivalent nuqta aniqlanishi mumkin. Birinchi ekvivalent nuqta titrlangan, kuchli kislota yoki kamroq eriydigan cho'kindi tarkibiga mos keladi, titrlangan zaif kislota yoki yana eriydigan cho'kma miqdori ikki ekvivalent nuqtaga mos keladigan titrant hajmlari farqidan topiladi.

Ba'zi hollarda, ayniqsa suvli bo'limgan erituvchilarda, bir nechta moddalarning ekvivalent nuqtalariga mos keladigan (4-5) kondomometrik titrlash egri chiziqlari aniqlanadi. Datchikometrik titrlashni o'tkazish uchun eritmaning qarshiligini yoki uning elektr o'tkazuvchanligini o'lchash kerak. Eritmaning elektr o'tkazuvchanligini aniqlash, mashhur Wheatstone ko'prigiga o'xshash Kohlrausch ko'prigi (2.56-rasm) yordamida amalga oshiriladi, bu farqli oqim sinov eritmasining elektrolizlanishini oldini olish uchun ishlataladi.



**2.55-rasm.**



**2.56-rasm.**

Oqim manbasi sifatida buzzer yoki yuqori chastotali generator ishlataladi. O'ng va chap yelkaning joriy nuqtasida elektron to'ldirilsa, diagonali bo'ylab hech qanday oqim bo'lmaydi va telefon yoki muqobil oqimning 4 boshqa indikatori uni aniqlay olmaydi. Bunday holda, Kirxgof qonuniga ko'ra, bir qator munosabatlarga kirish mumkin:

$$\frac{Rx}{l_1} = \frac{RcT}{l_2}, \quad R_x = R_{cT} \frac{l_1}{l_2}, \quad W_x = W_{cT} \frac{l_1}{l_2},$$

$$W_x = W_{cT} \frac{l-l_1}{l_1}, \quad W_x = W_{cT} \frac{100-l}{l}$$

bu yerda:  $R_x$ ,  $W_x$ - hujayradagi 2 eritmaning qarshiligi va elektr o'tkazuvchanligi;

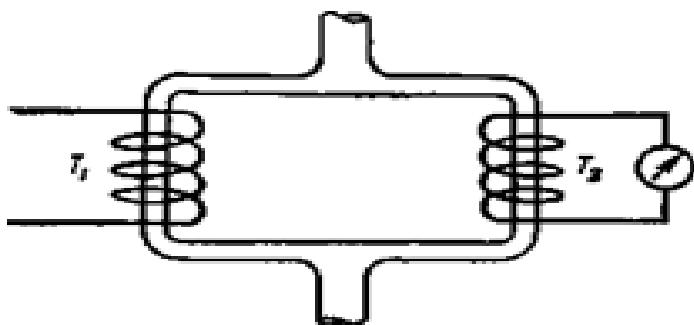
$R_{cT}$ ,  $W_{cT}$  - qarshilik va elektr o'tkazuvchanligi doimiy qarshilik 3

$L$ ,  $l_1$ ,  $l_2$  - o'lchov ko'prigining umumiy uzunligi va uning qismining uzunligi ac va bc.

Shunday qilib,  $R$ ,  $I_1$  va  $I_2$  ning eksperimental jihatdan aniqlangan qiymatlaridan o'lchagan eritmaning elektr o'tkazuvchanligini aniqlash mumkin. Ba'zi hollarda, agar umumiy ko'priq uzunligi  $I$  100 yoki 1000 birlik bo'lgan bo'lsa, bu hisoblar berilgan so'nggi formula yordamida soddalashtirilishi mumkin. Hozirgi vaqtda

o'tkaziladigan konduktometrik tahlil amaliyotida elektrodi past chastotali indikatoriya ishlatilgan. Past chastotali ko'lonometriyani o'rnatishning sxematik diagrammasi (2.57-rasm). Ushbu o'rnatishda ogohlantiruvchi t transformatori ulanadi. maqsadli hujayra o'lchov bilan tahlil qilingan eritma bilan to'ldirildi.  $T_2$  transformatori. Transformatur  $T_2$  da energiya darajasi harakatlantiruvchi transformatororda T kuchlanish V kuchlanish kuchaytirgichi T \eritmaning o'tkazuvchanligi bilan mutanosib va doimiy K ga bog'liq,O'rnatishning xarakteristikasi. Muvaffaqiyatli barqaror kuchlanish bilan transformatorlarning o'tkazuvchanligi milliy-voltmetr. Elektr o'tkazuvchanligini bunday o'lhash juda oddiy; 50 gs ichida kutish transformatori chastotali texnik oqimni ishlatishi mumkin. Agar amalga oshiradigan natija o'niga tekis chiziqdan foydalanish mumkin.

Ushbu turdag'i usullarni qo'llashda, datchiklarni tozalash orqali aktiv suyuqliklarni elektr o'tkazuvchanligini o'zgartirib o'lhash uchun qulay; yorug'lik sezgichlarni. o'lchovlar uchun Reenyum shuningdek to'rt elementli ishlatiladi



**2.57-rasm.** Elektrod past chastotali o'tkazgich bo'lмаган holda o'rnatish diagrammasi.

Tashqi tomondan bir vaqtning o'zida elektrotlar ma'lum bir oqimni ta'minlaydi kuchlar va ikkita ichki elektr uchun Do'plni potentsiyometr yordamida aniqlash mumkin bo'lgan farqni ajratish. By o'qimlar eritmaning o'tkazuvchanlik qarshiligini va uning elektrini osonlik bilan hisoblashi mumkin. Ushbu usulda elektr polarizatsiyasi Dov, kontsentratsion komponentlarning ta'siri. Ushbu usul tadqiqot

uchun qulay uzluksiz oqimdagи elektr o'tkazuvchanligi.

**Yuqori chastotali titrlash.** Kondonometrik usulning o'zgarishi yuqori chastotali titrlashdir, u ko'p jihatdan eski dispersiyometrik usulni o'zgartiradi. Ushbu usulda tekshirilayotgan eritma yuqori chastotali elektr maydoniga ta'sir ko'rsatadi. Odatiy chastotalar o'zgaruvchan maydonining ta'siri ostida, eritma ionlari muayyan muvozanat holatiga qarab siljiydi. Muqobil oqimning chastotasi ortib borishi bilan salenem chegaralari kamayadi va nihoyat, eritma ichidagi ionlar deyarli harakatsiz qoladi. Shu bilan birga, yuqori chastotalar **deformatsiya polarizatsiyasi** deb ataladigan molekulalarni deformatsiya qiladi. Yuqori chastotalar ta'sirida o'zgaruvchan elektr maydonidagi molekularning almashinishi (aylanishi) ham bo'lishi mumkin - ularning orientatsion polarizatsiyasi (ikkinchisi polar molekulalarga nisbatan qo'llaniladi).

Polarizasiyaning har ikkala turi eritmada toklarning harakatiga olib keladi - eritmada qisqa muddatli oqimlarning paydo bo'lishiga (sekundning millioninch qatlamlari davomiyligi bilan). Molekulyarlarning polarizatsiyasi tufayli, faqatgina o'tkazuvchanlikda emas, balki dielektrik va magnetik eritmaning o'tkazuvchanligi. Shunday qilib, yuqori chastotali titrlash jarayonida elektr o'tkazuvchanligining o'zgarishi, eritmaning dielektrik va magnit o'tkazuvchanligi kuzatiladi.

Ushbu miqdorlarning eritmaning tarkibiga qo'shilishining murakkabligi to'g'ridan-to'g'ri yuqori chastotali tahlil qilishni qiyinlashtiradi, shuning uchun yuqori chastotali usul tez-tez yuqori chastotali titrlash shaklida bevosita fizik-kimyoviy usul sifatida qo'llaniladi.

Yuqori chastotali titrlashning kondomometrik ko'rsatkichlariga nisbatan afzalliklari quyidagicha.

1. Metal elektrodlari va eritma orasidagi aloqa yo'q, natijada elektrodlarning polarizatsiyasi va elektron materialining eritma bilan kimyoviy shov-shuvi imkonsiz bo'ladi.
2. Dielektrikli emulsiyalar (moylar, qatronlar) borligida suvli eritmalar titrlash mumkin.
3. Suvsiz bo'lмаган muhitda titrlash osonroq.

Yuqori chastotali titrlash titrlash uchun neytrallanish, yog'ingarchilik, komplekslash va oksidlanish - kamaytirish usuli bilan qo'llanilishi mumkin.

Yuqori chastotali titrlashning nochorligi uskunaning murakkabligi va uni sozlashning qiyinligi bo'lib hisoblanadi, ammo uni doimiy ishlab chiqarish nazorati uchun qo'llashda juda istiqbolli tahlil usuli hisoblanadi.

### **Konduktometr amaliyoti**

Ko'pgina ionlar kondomometrik titrlash orqali aniqlanishi mumkin. Titrlash jarayoni deyarli barcha ionlar uchun bir xil va odatda neytral muhitda o'tkaziladi. Kerakli asboblarni yig'ish juda qiyinchilik tug'dirmaydi. Agar tayyor ko'prik mavjud bo'lsa, batareyani, telefonni va titrlash idishini ko'prikning tegishli terminallariga ulash uchun montaj tushadi. Agar tugagan ko'prik bo'lmasa, yuqorida aytib o'tilganidek, alohida qismlardan yig'iladi.

Elektrod plombalash, elektrodlarni platinatsiyalash, ya'ni elektrodlarga platina qatlamini joylashtirish ularning polarizatsiyasini kamaytirish uchun kerak. Platizatsiya uchun 3% xlorid kislota va 0.02-0.03% qo'rg'oshin asetat o'z ichiga olgan eritma tayyorланади. Kondomometrik tomir eritma bilan to'ldiriladi, shunday qilib elektrodlar butunlay suvga tushadi va akkumulyatorдан oqim eritmadan o'tkaziladi (oqim zichligi  $0,02 \text{ A} / \text{sm}^2$  dan oshmasligi kerak). Har bir daqiqada taxminan bir martaga, polenalarni almashtirish orqali oqim yo'nalishini o'zgartiradilar. Elektroliz 5-10 daqiqa davom etadi. Elektralarda platin qora qatlaming qattiq qatlami joylashtirilganda, eritma drenajlanadi, keyingi ish uchun saqlanadi va qayiq va elektrodlar bir necha marta distillangan suv bilan yuviladi. Platinli elektrodlar suv ostida saqlanishi kerak.

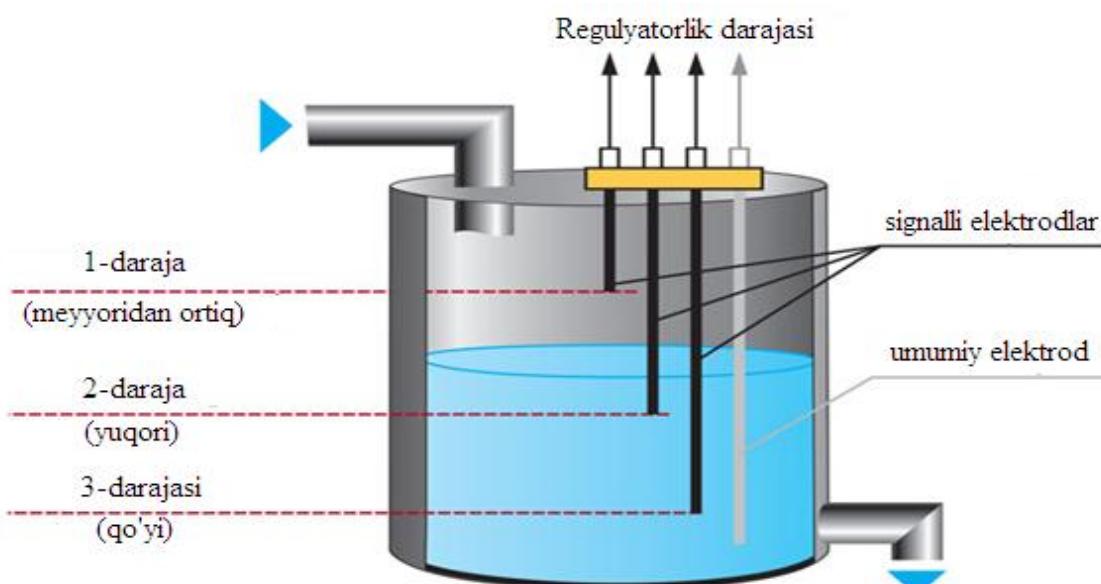
Ruxsat etilgan asbobning ta'rifi. Yuqorida ta'kidlab o'tilganidek, yuridik metodik titrlashda elektr o'tkazuvchanligining mutlaq qiymatini hisoblashning hojati yo'q, V - (1000-1) 1 yoki V - A koordinatali tizimida (V - reaktiv hajmi, G va I) asbob o'lchovi. Ba'zan asboblar miqdori tizimda (1000-1) 1 yoki (G - I) / \_ kalibrash qilinadi, bu esa titrlash jadvalini qurishda katta yordam beradi.

Ba'zi analistik sobitlarni aniqlash uchun to'g'ridan-to'g'ri yuridik o'lchovlarni o'tkazishda yoki kondomometriyadan foydalanilganda test eritmaning mos

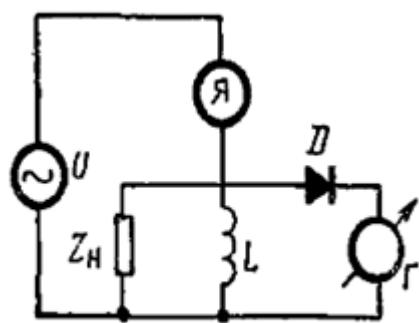
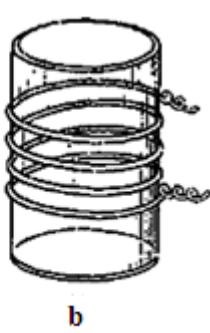
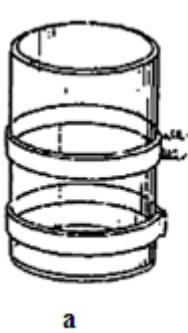
keladigan elektr o'tkazuvchanlik qiymatini hisoblash kerak bo'lishi mumkin. Bunday hollarda kema o'tkazuvchanlik koeffitsientini aniqlash talab etiladi.

Kondiktometrik ishlab chiqarishni nazorat qilish qog'oz sanoatida sulfatli likyorlarni tahlil qilish, pulp ishlab chiqarishda, shakar sanoatida - ishlab chiqarishning barcha bosqichlarida ion almashinuvi ustunlarini nazorat qilish uchun qo'llaniladi.

Kondo'ktometrik metod to'qimachilik sanoatida qoldiqli erlearning namligining doimiy monitoringini olib boradi. Bunday holda, ikkita elektrod va termometr kaləplama tuproq bilan bir huni ichiga joylashtirilgan; Termometrdan signal va elektrodlarga ulangan elektr o'tkazuvchanligi qurilmasi suv oqimini bunkeriga boshqaradigan kranga beriladi. Bunday o'rnatish bilan bunkerdag'i qoldiq zonasining namligi avtomatik ravishda ma'lum chegaralarda saqlanadi.



**Konduktometrik usulda ishlatiladigan asbob-uskunalar.**



Konduktometrik usulda ishlatiluvchi uskunalar quyidagi asosiy qismlardan tuzilgan:

- yuqori chastotami tok mandai;
- o'lhash bloki;
- tok ko'rsatkich;
- titrlash uchun yacheyska.

Amalyotda reoxordli ko'prikl R-38 keng qo'llaniladi. Ushbu asbob o'zgaruvchan tokda ishlab, 220 yoki 127 voltli kuchlanishga o'lchanadi. Ko'prikl elektro o'tkazuvchanlikni o'lhash bilan birga, metall o'tkazuvchilarni, qarshiliklarni xam o'lhash uchun qo'llanadi.

### Nazorat savollari:

1. Konduktometriya deb nimaga ataladi?
2. Konduktrometrik titrlashda elektr o'tkazuvchanlik qachon ortadi?
- 3 Amaliyotida konduktometrik titrlash usuli qachon ishlatiladi?
4. Yuqori chastotali titrlashning kondomometrik ko'rsatkichlarini afzalliklari qanaqa.

## 2.12. KULONOMETRIK TAXLIL USULI.

Kulonometrik taxlil eritmadiagi aniqlanuvchi modda miqdorini shu elektrokimyoviy to'liq qaytarish yoki oksidlash uchun sarflanadigan elektr miqdorini o'lhash yo'li bilan aniqlashga asoslangan. Bunda moddalarning unumi tok sarfi bo'yicha 100% bo'lishi, yani induksiya tokini effektivligi 100% bo'lishi

kerak. Kattaliklarni oson o‘lchanishi ishlatiluvchi asboblarning ancha soddaligi bu usuldan analitik kimyoviy amaliyotda foydalanishida qulaylik yaratadi.

Kulonometrik aniqlashning ikki turi madjud: ulardan biri bevosita kulonometriya va ikkinchisi kulonometriya titrlash. Bevosita kulonometriya usulida taxlil qilinadigan modda kulonometrik yacheykada elektrokimyoviy o‘zgarishiga uchraydi. Kulonometrik titrlash usulida esa aniqlanuvchi modda kulonometrik yacheykada maxsus tanlab olingan eritmadan hosil bo‘luvchi titrant bilan reaksiyaga kirishadi.

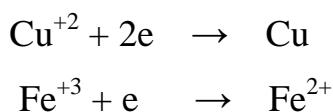


Kulonometrik titrlash usulida titrlovchi eritmalar oldindan tayyorlanmaydi. Kulonometrik titrlash asosida qo‘lay va oddiy avtotitrator yaratish mumkin. Ular ishlatilishi xususiyatlari va ishonchliligi jihatdan titrlovchi eritmalarini tozalab berishga asoslangan mavjud asboblarga nisbatan ancha afzal bo‘ladi. Kulonometriyada aniqlik yuqori qayta aniqlashlar natijasi bir-biriga juda yaqin va xatolik kam bo‘ladi. Organik va ayniksa anorganik moddalar eritmalarining zlektrolizdan ba’zan elektrokimyoviy yacheyka elektrodida fakat bitta reaksiya sodir bo‘ladi. Agar elektroliz katod va anod mahsulotlari aralashib ketmaydigan sharoitda olib borilsa elektroliz jarayonida zritmadan o‘tgan elektr miqdorining hammasi fakat bitta moddaninr oksidlanashi (anod reaksiyasi) yoki qaytarilishi (katod reaksiyasi) uchun sarflanadi. Reaksiyaga kirishayotgan moddalar to‘liq parchalangunga qadar reaksiyaga sarflangan elektr miqdorini o‘lhash yo‘li bilan va elektroliz qonunlarini tadbiq etib, shu moddani miqdorini topish mumkin.

Kulonometrik taxlilda odatda tok manbaidan elektrodlarga elektr energiyasini

uzatish uchun metall o'tkazgichlardan (elektrolit eritmalaridan) foydalaniladi. Elektrolit eritmasidan elektr toki o'tganda eritmaning konsentratsiyasi o'zgaradi yoki elektrodlarda modda ajralib chiqadi, ana shundan reaksiya sodir bo'lganligi bilinadi. Moddalarning elektrodlarda elektrokimyoviy oksidlanish yoki qaytarilish va elektron berish yoki qabul qilish bilan boradigan va ushbu jarayonda moddani kimyoviy parchalanishi elektroliz deb ataladi. Elektrokimyoviy reaksiyani amalga oshirish uchun eritmada elektrod yuzasi bilan to'knashganda ma'lum miqdorda elektron qabul qilishi yoki berish qodir zarrachalar bo'lishi kerak. Bunda turlicha zaryadlangan ionlar hosil bo'lib, musbat zaryadlangan ionlar (kationlar) katodga, manfiy zaryadlanganlari (anionlar) esa anodga tomon harakatlanadi. SHunday qilib, metall o'tkazgich va elektrolitdan tarkib topgan zanjirdan tok o'tganida elektrodlar yuzasida elektronlarning zarrachadan elektrodga yoki, aksincha, elektroddan zarrachara o'tishi sodir bo'ladi.

Elektroliz jarayonida manfiy zaryadlangan elektrod - katodda qaytarilish jarayoni sodir bo'ladi:



Musbat zaryadli elektrodlar - anodda oksidlanish jarayoni sodir bo'ladi:



Elektroliz - potensiali nazorat qilinadigan va tok kuchi nazorat qilinadigan elektrolizlarga (bevosita va bilvosita) bo'linadi.

Potensiali nazorat qilinadigan elektroliz bevosita potensiometrik kulonometriya deyiladi va bunda aniqlanuvchi moddaning o'zi elektrodlarda reagentga kirishadi. Tok kuchi nazorat qilinadigan bevosita elektroliz, bevosita amperostatik kulonometriya, tok kuchi nazorat qilinadigan bilvosita elektroliz - kulonometrik titrlash deyiladi.

### **Bevosita kulonometriya.**

Faradey qonunlaridan foylalanishga asoslangan va elektrokimyoviy reaksiyasi o'tkazishda eritmadan o'tgan elektr miqdorini o'lchashdan iborat. Tahlil uchun eng oddiy qurilma 2.58 - rasmda tasvirlangan.

Elektrolit yacheykadan o'tgan tok kulonometrga keladi va metallning tuzi eritmasidan elektrodda metall ajralib chiqishini taminlaydi. Yuvib quritilgan elektrodn tarozida tortib ajralib chiqqan metall massasi aniqlanadi va shunga qarab elektrolitik miqdori hisoblab chiqiladi. Hozirgi vaqtda shkalali elektr miqdorini hisoblashga imkon beruvchi elektr qurilmani kulonometrlar qo'llanila boshlandi.

Kulonometrik va elektrolitik yacheyka orqali bir xil miqdorda elektr miqdori o'tadi. Bir xil miqdordagi elektr toki ta'sirida ekvivalent miqdordagi moddalar ajralishini e'tiborga olib, elektrokimyoviy oksidlangan yoki qaytarilgan moddani miqdorini hisoblash mumkin:

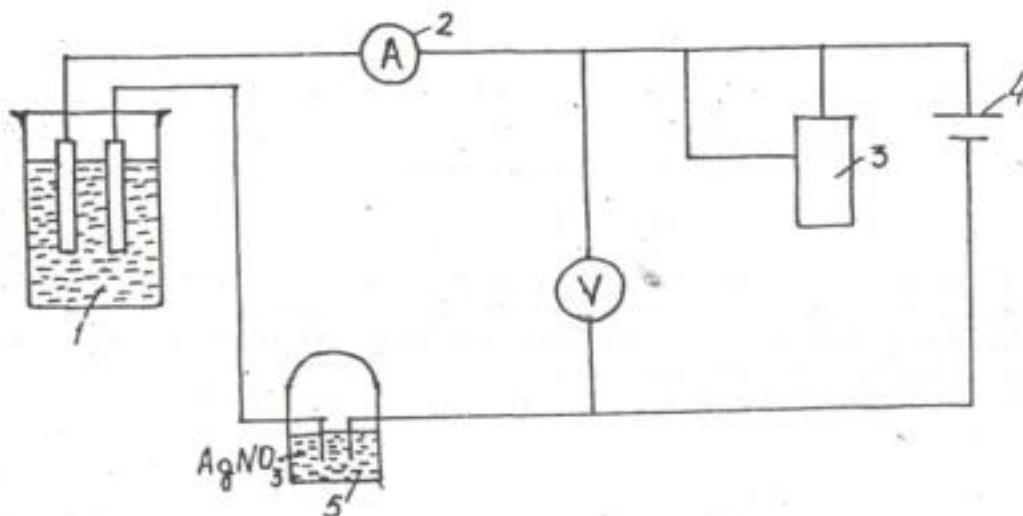
$$P = Q M / n F$$

P - kulonometrda olingan modda massasi, g;

M - moddani molekulyar, ion, atom massasi;

Q - elektr energiyani miqdori, kulonda;

P - elektrokimyoviy reaksiyada ishtirok etayotgan elektronlar soni.



**2.58-rasm.** Tekshiriluvchi eritma solingan va elektrodlar botirilib quylgan elektrolitik yacheyka. Yacheykada ko'pincha simob foydalaniladi, chunki vodorod ajralishida uchta kuchlanishga ega;

2-kulonometr, butun sistemadan o'tgan elektr miqdorini aniqlashga imkon beruvchi asbob. Amaliyatda gazli, mis va kumush galogeni kulonometrlar ishlataladi. Gazli kulonometrlarda elektr miqdori kulonometrdan o'tgan elektr

miqdori kulonometrdan o'tgan elektr toki ta'sirida suvning elektrolizida (tuz ishtirokida) ajralib chiqqan kislorod hamda vodorodning hajmi orqali aniqlanadi. Misli va kumushli metall (mis yoki kumush) miqdori bo'yicha aniqlanadi;

3-doimiy tok manbai;

4- reostat;

5- voltmetr;

6- mikroampermetr;

Sanoatda ishlab chiqariladigan, kulonometriyada foydalaniladigan asboblar anchagina murakkabdir. Kulonometriyada foydalaniladigan asboblarga elektrolizyorlar, elektrodlar kiradi.

Elektrolizyorlarning tuzilishi qo'llaniladigan usullarga bog'liq bo'lib, ko'pincha yangi namunalarni tahlil qilishda uni tuzilishini o'zgartirish talab qilinadi. SHu munosabat bilan kulonometrik tahlilning ba'zi usullarida ishlatiluvchi ayrim elektrolizorlarnitasnifini ko'rsatib o'tamiz.

Ideal elektrolizyorlar quyidagi shartlarni qanoatlantirish kerak: germetiklik, termostatlash, erigan elektro faol gazlarni chiqarib yuborish uchun gaz kiritish, tekshiriluvchi eritmani yaxshilab aralashtirilishi, elektrodlarning mexanik yoki magnitli aralashtirgichning va elektrolitik kalitning yaxshi joylashuvi, anod va katod atrofidagi moddalarning bir kameradan ikkinchisiga diffuziyalanmasligi. Lekin kulonometrik tahlil o'tkazishning barcha xollarida ko'rsatilgan shartlarning hammasiga rioya qilish shart emas. Masalan, termostatlash xona haroratidan yuqoriroq yoki pastroq haroratlarda ishlash talab qilinadigan hollardagina zarur. Germetitni va ideal gaz kiritishni ta'minlash elektrod jarayonlarida yoki kimyoviy reaksiyalarda ishtirok etib, tekshirish natijalarini bo'zilishiga sabab bo'luvchi  $\text{SO}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{HS}_3$  kabilar eritma tarkibida mavjud bo'lgan yoki havoda o'tishi mumkin bo'lgan xollardagina kerak.

Boshqa barcha talablarga rioya qilinishi shart. Mexanik yoki magnitli aralashtirgich yordamida aralashtirish elektrokimyoviy reaksiya tezligini oshirishdan tashqari, elektr ta'sirida hosil bo'lgan mahsulotning aniqlanuvchi modda bilan samarali ta'sirlanishini ham ta'minlaydi. Oxirgi nuqtani elektrokimyoviy yo'li

bilan aniqlashda generatorli va indikatorli elektrodlar shuningdek, bitta eritmaning o‘ziga boshqalari bilan birga tushirilgan qo‘sishma elektrodlar elektrolizyorlar kamerasida bir-biriga va aralashtirgichga tegmaydigan qilib o‘rnatilishi kerak.

**Elektrodlar.** Kulonometrik tahlilda ikkita ishchi elektrod talb qilinadi. Zaruriy elektrokimyoviy reaksiya boradigan elektrod generator (yoki ishchi) elektrod, ikkinchisi esa yordamchi elektrod deyiladi. Bulardan tashqari potensiostatik kulonometriyada taqqoslash elektrodi ham talab qilinadi va u orqali generator elektrodnинг potensiali nazorat qilinadi. Kimyoviy reaksiyalar tugaganligini aniqlashning elektrokimyoviy usullaridan foydalaniladigan kulonometrik titrlashda tegishli qo‘sishma indikator elektrodlar ham bo‘lishi kerak.

Generator elektrodlar tayyorlash uchun platina, oltin, kumush, amalgamalar, grafit, ba’zan volfram, mis, qo‘rg‘oshin va boshqalardan foydalanish mumkin. Bulardan platina va simob eng ko‘p ishlatiladi. Platina anoddagi jarayonlar uchun ko‘proq yaroqlidir. Moddalarning elektr ta’sirida o‘zgarishi elektrod potensialining vodorod ajraladigan ko‘ra musbatroq qiymatlarida sodir bo‘ladagan xollarda katoddagi jarayonlar uchun ham platina ishlatish mumkin. Simob elektrodda vodorodning o‘ta kuchlanishi katta bo‘lgani sababli deyarli barcha katod jarayonlarini amalga oshirish mumkin. Ammo simobning anodda oson erishi sababli elektrolizni NVE potensiali qiymatlaridan olib borib bo‘lmaydi. SHunday qilib bu elektrod bir-birining kamchiligini to‘ldiradi.

Oltin Au elektrod galogenidlarni va kumush  $\text{Ag}^+$  bilan yaxshi erimaydigan hamda kompleks birikmalar hosil qiluvchi anionlarni aniqlashda kumush  $\text{Ag}^+$  ni hosil qiluvchi sifatida ishlatiladi.

Ba’zi hollarda vodorodning o‘ta kuchlanishini orttirish uchun nodir metallar yuzasi simob qatlami bilan elektrolitik usulda yoki simobda ma’lum vaqt tutib turish yo‘li bilan qoplanadi: ba’zan esa tegishli amalgamalar qo‘llaniladi.

Grafit elektrod nodir metallardan tayyorlangan elektrodlarga nisbatan potensialning manfiyoq qiymatida ishlash imkonini beradi. Lekin g‘ovakligi sababli eritmadi moddalarni adsorbsiyalanishi natijasida elektr prametrlarini o‘lchashda takroriy natijalar bir xil chiqmaydi va qoldiq tok ancha katta bo‘ladi.

Lekin grafitga tegishlicha ishlov berilganda (unga turli smolalar, parafin va boshqalar shimdirish) grafitni juda foydali generator (shuningdek, indikator) elektrod sifatida ishlatish mumkin.

Metall elektrodlarni turlichal shakllarda yasash mumkin: ular plastinkalar, simlar, spirallar xolida foydalaniladi. Grafit elektrodlar, odatda, silindr shaklida bo‘ladi. Katta sathli elektrod uchun simob elektrolizyor tubiga qo‘yiladi. Bunda barcha kontaktni amalga oshirish uchun idish tubiga nodir metall simi kavsharlanadi, simning ikkinchi uchi tokli (mis) simga o‘lanadi. Ba’zan metall elektrodlar mis simga kavsharlanadi, so‘ngra sim bilan birgalikda shisha naycha uchiga kavsharlanadi.

Yordamchi elektrod sifatida asosan nodir metallardan yasalgan elektrodlar, ko‘pincha platina ishlatiladi. Ba’zan anodda platinaniemiruvchi gaz xolatidagi xlor ajralib chiqish ehtimoli bo‘lganida kumush elektrod ishlatiladi. Bu esa yordamchi elektrodni generator elektrod bilan bir kamerada o‘rnatishga imkon beradi.

Taqqoslash eletrodlari qutblanmaydigan bo‘lishi, ya’ni ulardan kichik tok o‘tganida potensiali o‘zgarmaydigan bo‘lishi kerak. Taqqoslash elektrodi sifatida to‘yingan kalomel elektrod ko‘proq ishlatiladi, lekin boshqa taqqoslash elektrodlaridan ham foydalanish mumkin.

### **Moddaning elektroliziga sarflangan elektr miqdorini ulchash asboblari.**

Kulonometrik taxlilda elektrokimyoviy reaksiyalarda hosil bo‘lgan mahsulotlar mikdorini aniqlashga yoki tokni bevosita intergratsiyalashga asoslangan turli xil kulonametrlardan foydalanish mumkin xolda bu asboblar elektroliz zanjirida bo‘lishi tekshirilayotgan eritmali yacheykaga ketma-ket ulangan bo‘lishi kerak. Zanjirning har bir qismida tok qiymati bir xil bo‘lgani sababli ushbu asboblardan ham vaqt birligida tekshiriluvchi eritmadan o‘tgan miqdorda tok o‘tadi.

### **Elektrokimyoviy kulonometrlar.**

Bu asboblar tegishli shakldagi elektrolizyor bo‘lib, ularda amalga oshiruvchi elektrokimyoviy jarayonlarning tok bo‘yicha unumi 100% deb qabul qilinganda anod, katoddagi reaksiyalar maxsulotlarining mikdori biror bir usullari bilan aniqlanadi. Elektrokimyoviy reaksiya tenglamasi ma’lum bo‘lganida aniqlangan

reaksiya maxsuloti miqdori orqali sarflangan elektr mikdori Q ni Faradey qonunidan foydalanib topish mumkin.

### **Elektrogravimetrik kulonometraar.**

Bularga misli, kumushli, kumush gologenitli va boshqa kulonometrlar kiradi.

#### **Misli kulonometr.**

Sulfat kislota muhitida etarli darajada konsentrangan mis sulfat eritmasidan tok o'tkazilganda platina katod yuzasida mis metalining zinch qatlami ajralib chiqadi. Yuvib quritilgan elektrod katta aniqlik bilan analistik tarozida tortiladi. Ajralib chiqqan misning eritmasidagi  $Cu^{+2}$  ionlari bilan qisman reaksiyara kirishib,  $Cu^+$  ionlarini hosil qilgani sababli elektr miqdorining juda kichik qiymatlarini o'lchashda o'lchash aniqligi malum darajada pasayadi.

#### **Kumushli kulonometr.**

Kumush neytrat eritmasidan platina katodda kumush metali chiqadi, so'ngira elektrodni tarozida tortib, ajralib chiqqan kumush miqdori aniqlanadi. Elektr miqdorining katta qiymatlarini o'lchashda  $Ag^+$  kamayib ketmasligi uchun, anod sifatida kumush plastinkadan foydalaniladi. U  $Ag^+$  ionlariga qadar oksidlanib, katod jarayonida kamaygan  $Ag^+$  ionlari o'rmini to'ldirib turadi. Kumushli kulonometrni misli kulonometrdan afzalligi shundaki, kumushni misga nisbatan elektrokimyoviy ekvivalent og'irligi deyarli uch marta katta va havoda oksidlanmaydi. Uning kamchiligi katoddan ajralib chikuvchi kumush kristallarining g'ovakligi bo'lib, elektrod ohista yuvilmasa to'kilib tushishi mumkin. Zinch cho'kmalarni olish uchun kumush tuzlarining ammiakli yoki sianidli eritmalaridan foydalaniladi.

#### **Kumush galogenli kulonometr.**

By kulonometr elektrning mikromiqdorini o'lchashda ayniqsa katta ahamiyatga ega. Ishqoriy metallar galogenlarining eritmalari elektroliz qilinganida anodda  $AgHg$  qatlami hosil bo'ladi. Bulardan eng yaxshisi kumush yodli kulonometr xisoblanadi. Anod sifatida kumush spiral ishlataladi katod xam spiralsimon simdan iborat va olidindan elektrokimyoviy usulda kumush iodit qatlami bilan koplangan bo'ladi. Elektrolit sifatida kaliy yoditning 5% li eritmasi ishlataladi.

Barcha ko'rsatilgan kulonometrlar anchagina sodda asboblar bo'lib, ularda aniqligi asbob turlaridan tashqari tarozida tortish aniqligiga (analitik tarozining sezgirligiga) xam bog'lik.

### **Gazli kulonometrlar.**

Gazli kulonometrlarning ishlash prinsipi elektroliz jarayonida elektrokimyoviy parchalanish natijasida anod va katodda ajralib chiqqan gazning umumiyligi hajmini o'lchashga asoslangan. Bu asboblar juda sodda lekin elektrning kichik miqdorini o'lchashda sezgirligi va aniqligi kam bo'ladi. Odatda agar o'lchov idishning sig'imi  $100 \text{ sm}^3$  bo'lsa, quyi chegarasi 10 kulon, yuqori chegarasi esa 500 kulon bo'ladi.

Bundan tashkari kulonometrik tahlilda kalorimetrik va kulonometrik kulonometrlardan foydalilaniladi.

### **Nazorat savollari:**

1. Kulonometrik taxlil nimani aniqlashga asoslangan?
2. Bevosita potensiometrik kulonometriya deb nimaga aytildi?
3. Kumush galogenli kulonometr qanday ahamiyatga ega?
4. Qanaqa kulonometrlar mavjud?

## **2.13. RADIOKIMYOVİY TAHLİL USULI**

Radiokimyoviy tahlil usullari orasida radioaktivlik tahlili usuli, izotopik suyuqlik usuli, radiometrik titrlash usullari va boshqalar keltirilgan.

Radioaktivatsiya usuli ba'zi elementlarning izotoplari yadrolarining xususiyatlarini б ва в nurlarini chiqarish uchun ishlatiladi. Ushbu usulda aniqlanadigan element bir yoki bir turdag'i noturg'un radioaktiv izotopga aylanadi va uning tarkibi uning radiatsiya qizg'inligi bilan aniqlanadi.

Radioaktiv izotoplar neytron, proton, a-zarralar va boshqa usullar bilan atom yadrolarini bombardimon qilish yo'li bilan sun'iy ravishda olinishi mumkin.

Aktivatsiya natijasida hosil bo'lgan radioaktiv izotoplar soni tenglama bilan aniqlanishi mumkin:

$$N = N_o \frac{Fy\Theta}{\pi} (1 - e^{-\pi\phi}) \quad (1)$$

bu erda  $N$  - hosil bo'lgan radioaktiv atomlarning soni;

$N_o$  - maqsaddagi atomlarning soni;

$F$  - zarrachalar bombardimon oqimining intensivligi, sm<sup>2</sup>-s<sup>-1</sup>;

$\Theta$  - faollashgan izotop atomlarining tarkibi, %;

$\pi$  - hosil bo'lgan radioaktiv izotopning parchalanish koeffitsienti;

$\phi$  - nurlanish vaqt;

$y$  - faollashtirish tasavvurlari - omborlarda radioaktiv zarralar hosil bo'lish ehtimoli (ombor = 10 ~ 24 sm<sup>2</sup>).

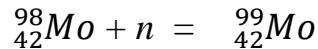
Ruxsat etilgan qiymatlarning qiymatlari -  $\Theta$ ,  $\pi$ ,  $y$  va ba'zi elementlar uchun 2.9-jadvalda berilgan.

2.9-jadval. Ruxsat qiymatlarning qiymatlari 0 va ba'zi elementlar uchun

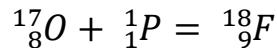
Element	Radiatsiya paytida neytronlar bilan reaksiyaga kirishadi-gan izotop	Aktiviz atsiya qilingan izotop atomlari ning tarkibi	Quyosh nurlari bilan hosil bo'lgan izotoplari	Faollash tirish bo'limi b, ombar	Xarakatla nish davri	Maksimal $\gamma$ -spektri, MeV
Mn	<sup>55</sup> Mn	100	(n) -> <sup>56</sup> Mn	13,3	2,6 soat	0,84, 1,81
A1	<sup>27</sup> Al	100	(n) -> <sup>28</sup> Al	0,21	2,3 daq.	1,80
Mg	<sup>26</sup> Mg	11,1	(n) -> <sup>27</sup> Mg	0,03	9,5 daq.	0,83, 1,02
Si	<sup>30</sup> Si	3.1	(n)-> <sup>31</sup> Si	0,11	2,6 soat	1,5
Co	<sup>59</sup> Co	100	(n) -> <sup>60</sup> Co	20	5,2 yil	1,17 va 1,33

<sup>9</sup>Be, <sup>252</sup>Cf va boshqa izotoplar atomlarni bombardimon qilish uchun neytron manbai sifatida ishlataladi. Ikkinchi darajali neytronlar oqimi, <sup>7</sup>Li, <sup>10</sup>B va izotoplari

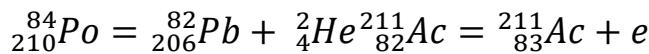
uchunboshqa elementlarni ushbu elementlarning atomlarini nurlantiruvchi moddalar yoki reaktorlarda nurlantirish. Neytronning emirilishi natijasida atomning 1 og'irlilikdagi izotoplari bir xil massa soniga ega bo'ladi:



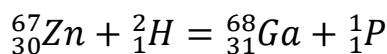
Faollashtirish uchun siklotronlarda ishlab chiqarilgan protonlardan foydalanish mumkin. Protozoa tomonidan yadrolarning bombardimon qilinishi natijasida izotoplar atom massasi va birinchi raqamdan 1 massa hosil bo'ladi. Misol uchun



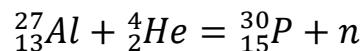
Ma'lumki, tabiiy ravishda hosil bo'lgan radioaktiv elementlarning yadrolari o'z-o'zidan parchalanib, geliy yadrolari (elektron zarralari) yoki elektronlar (p-zarralari) chiqishi bilan boshqa elementlarga aylana oladilar. Radioaktiv parchalanish reaktsiyalariga misol sifatida quyidagilarni keltiramiz.



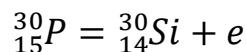
Shuningdek, siklotronlarda shakllanadigan deuteronlar tomonidan faollashtirilganda, deuteronning assimilyatsiya reaktsiyasi bir yoki ikki protonning bir vaqtning o'zida chiqarilishi bilan hosil bo'ladi. Misol uchun:



Shu tarzda olingan sun'iy radioaktiv izotoplar ko'p hollarda beqaror va o'z-o'zidan parchalanadi. Misol uchun, alyuminiy a-zarrachalar tomonidan bombardimon qilinganida, reaktsiya davom etadi.



Bu reaktsiya neytronning chiqishi bilan sodir bo'ladi. Bu reaktsiya vaqtida hosil bo'lgan fosfor izotopi beqaror va p-parchalanish reaktsiyasi bilan o'z-o'zidan ajralib chiqsa oladi:



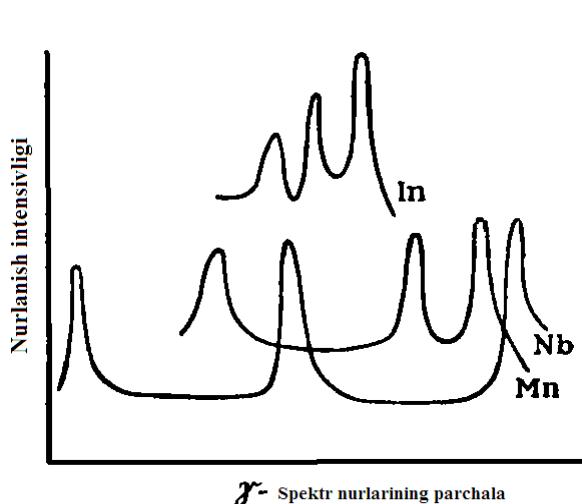
Bunday reaktsiyalar sun'iy radioaktiv parchalanish bilan bog'liq va to'g'ridan-to'g'ri radioaktivlik tahlilida qo'llaniladi. Radioaktiv jarayonlarning har biri muayyan tezlikda davom etadi, bu yarim umr bilan ajralib turadi - hosil bo'lgan radioaktiv elementlarning yarimi buzilish vaqtidir. Yarimning hayoti keng tarqalgan. Masalan, radioaktiv fosforning yarim umri atigi 2,5 minutni tashkil etadi.

## Fizika-kimyoviy tahlilning boshqa usullari

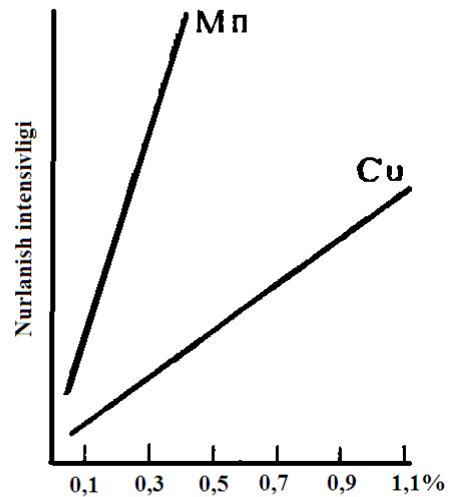
Yuqorida 2.9-jadvalda ba'zi sun'iy izotoplar uchun yarim ajralish davri keltirilgan.

6- va b-zarrachalaridan tashqari, radioaktiv parchalanish juda tez-tez 0.016 dan 0.230 A gacha bo'lgan to'lqin uzunligi bo'lgan yo'llar bilan tarqaladi. Yaralarning  $\gamma$ -energiyasi 0,05 dan 8 MeV gacha (megaelektron volt) farq qiladi.

Har bir elementning radioaktiv parchalanishi ma'lum radiatsion spektr bilan tavsiflanadi. Ular aniqlanishi mumkin bo'lgan ba'zi elementlarning y-spektridagi xarakterli maksimum ham ko'rsatilgan.(1.9-jadval)



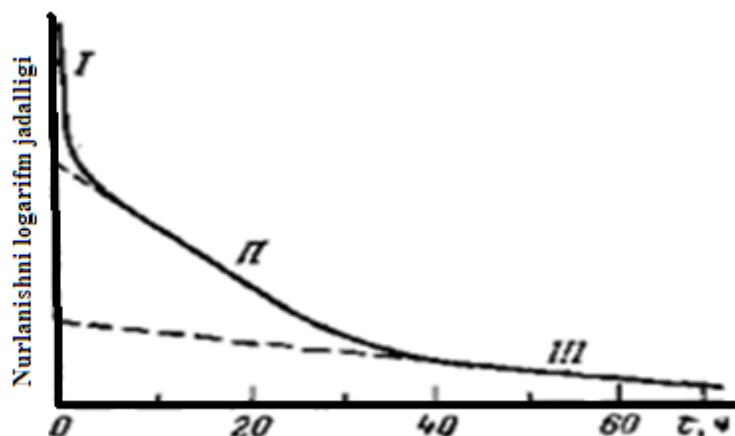
**2.59-rasm. Spektr nurlanishing  $\beta$ -parchalanishi**



**2.60-rasm. Mn va Cu ning radioaktiv spektrini aniqlashning kalibr chizmasi**

2.59-rasm indiy, marganets va niyobiy izotoplarining  $\beta$ -parchalanishing  $\gamma$ -emissiya spektrlarini ko'rsatadi.  $\gamma$ -nurlari c hiqaradigan elementning tabiatli  $\gamma$ -spektrining tabiatli bilan belgilanishi mumkin va uning o'rganilayotgan namunadagi tarkibi radiatsiya intensivlididan aniqlanishi mumkin. Masalan, 2.60-rasm grafikada marganes va misni aniqlash uchun kalibrlash grafikalari berilgan. Marganets 0,84 MeV energiya bilan  $\gamma$ -radiatsiya qizg'inligi va mis - 0,5 MeV energiya bilan radiatsiya jadalligi bilan aniqlanadi. Kobaltning temirdan ajratilishi

kation suvi, aniondan olingan galyum ekstraktsiya bilan ajratiladi. Analitik maqsadlar uchun sun'iy ravishda olingan radioaktiv namunalarning  $\tau$ -radiatsiyidan foydalanish mumkin. Ushbu usulda  $\beta$ -nurlarini chiqaradigan elementning xarakteristikasi yarim yemirilishi bilan aniqlanadi va uning tarkibi radiatsiya intensivligi bilan aniqlanadi. Biroq, ayrim hollarda, turli xil elementlarning radiatsiya bir xil yoki bir-biriga yaqindir. Masalan, 1,17 va 1,33 MeV chiziqlari bo'ylab kobaltning aniqlanishi 1,10 va 1,29 MeV ni tashkil etuvchi temir bilan to'sqinlik qiladi. Surmani aniqlashda 0,55 MeV chiziqni tashkil etuvchi 0,564 MeV chizig'i bo'ylab mishyak to'sqinlik qiladi. Bu aralashuv elementlarini oldindan ajratish zarurligiga olib keladi.



**2.61-rasm.**  $\beta$ -nurlarining jadalligini o'z vaqtida o'zgarishi

Radioaktiv birikmaning oldingi usuli bilan kimyoviy tozalashni sezilarli darajada kuchaytiradi, 2.61-rasmga,  $\beta$ -nurlanishning jadalligini vaqtga to'g'ri keladi nurlangan alyuminiy tarkibli namunada marganets va natriy tarkibi uchraydi, 2.61-rasmda ko'rinish turganidek,  $\tau$ -o'zgarish egri zichdir vaqt ichida uchta to'g'rilangan uchastkalaridan iboratdir. I ushastkada shtirok etgan parchalanishga to'g'ri keladigan eng kam izotop  $\frac{13}{28}\text{Al}$  ni yarim jadalligini 2,4 min, II ushastkada shtirok etgan parchalanishga  $\frac{25}{56}\text{Mn}$  ni yarim jadalligini 2,5 soat va III ushastkada shtirok etgan parchalanishga  $\frac{11}{24}\text{Na}$  ni yarim jadalligini 14,8 soatni tashkil etadi.

Aniqlanadigan namunani bir xil qatiy tartibda standart namuna tarzida aniqlash kerak. Ayrim xollarda aniqlashni qo'yidagi tenglama orqali hisoblanadi

$$C_x = C_{CT} \frac{Ax}{Act} \quad (2)$$

$C_{ct}$  va  $C_x$  - sinov namunalarining standart n ning konsentratsiyasi;

$A_x$  va  $A_{ct}$  - testning boshlang'ich paytidagi harakatlari va standart namunalar.

Kantitativ tahlil qilish uchun yana bir variant - izotopli dilbsyon usuli. Bu usul bilan, tahlil elementi o'z ichiga analit, muayyan faoliyat bilan radioaktiv izotopning ma'lum miqdorda qo'shildi.

Ba'zi tartibda (cho'kma, ekstraksiya, elektrolizyor va boshqa usullari) ham element analit izolyatsiya qilingan va o'z faoliyatini aniqlash etiladi. Namunadagi aniqlanuvchi elementni  $X$  g bo'lsa, namuna bo'ylab izotopning qo'shimcha miqdorda yagona tarqatish keyin radioaktiv faoliyati elementning  $I_0$  g, lekin ma'lum bir miqdorda emas radioaktiv teng taqsimlanish bo'lsa belgilangan element gr va uning aktivlik faoliyatini  $I_t$  ni aniqlaydi.

$$\frac{l_0}{x+m_0} = \frac{l_1}{m_1} \quad (3)$$

$$x = \frac{l_0}{l_1} m_1 - m_0 \quad (4)$$

Agar ma'lum formulalardan a ga o'tsak:

$$a = \frac{l_0}{m_0} a_1 = \frac{l_0}{m_0 + m_1} \quad (5)$$

Shu amalni olamiz:

$$x = m^0 \left( \frac{a^0}{a^1} - 1 \right) \quad (6)$$

Agar  $m_0 < m_1$  bo'lsa bu amalni olamiz:

$$x = m_1 \frac{I_0}{I_1} \quad (7)$$

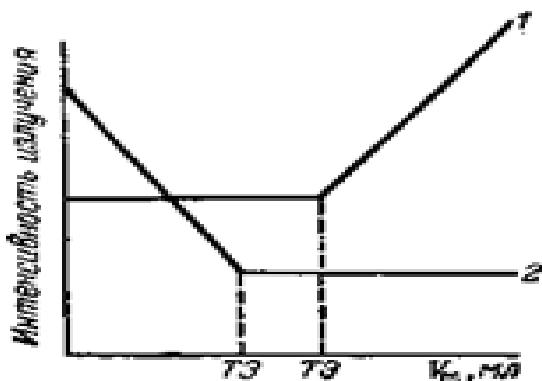
Hozirgacha, radioaktiv nurlarning bir yoki bir nechta elementlarini chiqaradigan elementlarning qobiliyatiga asoslangan radioaktivlik tahlili usullari ko'rib chiqildi.

Bevosita radioaktivlik tahlili usuli – radiometriya asosiy titrlash - asosan ikkita variantda qo'llaniladi. Ularning birinchisida titrlash o'z ichiga olgan eritma bilan amalga oshiriladi radioaktiv izotop ionlari hosil bo'ladi. Titrlash jarayonida a-eritmaning kuchi. Radioaktiv izo-teparoqda aniqlanadigan ion bilan cho'kindi, faoliyat, eritma ko'tarilmaydi. Buning orqasida echimdagagi ekvivalentlik radioaktiv moddasining ortiqligi bor ish yechimi, faoliyati ko'tarilish kuchayadi. Biz erishgan

yechimning faoliyati xarakterli kink nuqta osongina aniqlash mumkin ekvivalentligi (2.62-rasm). Ikkinci variant esa radiometric eritma sifatida titrlash indikator kichikroq bo'ladi. Radioaktiv izo- belgilanadigan elementning yuqori qismida. Bilan bu yechim bir necha oqni oladi. Titrlash sifatida ionning bo'linishi va uning izotopi eritma pasayadi va ekvivalent nuqta ortadi doimiy (rasm-). Har ikkala holatda ham nuqta ta'rifiekvivalentligi qiyin emas. Ko'pincha yaqin titrlash egri chizilgan boshqa usulda ishlatiladigan usulda foydalaniladi.

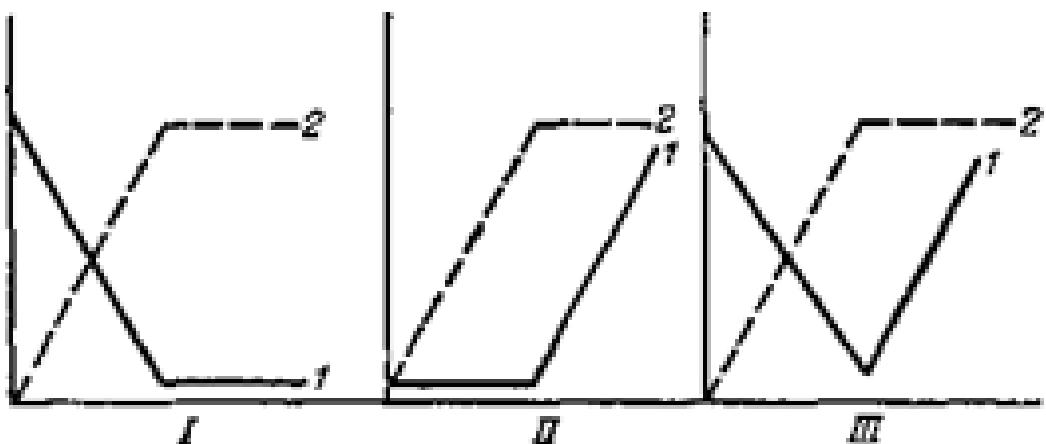
Ba'zi hollarda eritmada radiometrik titrlash orqali ikki komponentni aniqlash mumkin. Bu, yomg'irning eruvchanligi bir-biridan katta farq qilganda mumkin. Eritmaning ikkinchi elementining radioaktiv izotopi indikator sifatida qo'shiladi. Birinchi kam eriydigan komponentning cho'kmasi hosil bo'lganda, radioaktivlik o'zgarmadi. Ikkinci komponent o'rnatilganidan keyin radioaktivlik tushadi. Bu moment ekvivalentlikning birinchi nuqtasiga to'g'ri keladi. Radioaktivlik nolga tushganda, ikkinchi ekvivalent nuqtaga erishiladi.

Radiometrik titrlash usuli quyidagicha ta'riflangan ekstraksiya bilan muvaffaqiyatli ishlatilishi mumkin:



**2.62-rasm.** Radiometrik titrlash grafigi.

Suvli faza suv bilan aralashtirilmagan organik erituvchi ishtirokida titrlanadi. Titrlash jarayoni davomida hosil bo'lgan kompleks, bir solvent bilan chiqariladi. Siz uch xil egri chiziq olishingiz mumkin (2.63-rasm). Birinchi holda, radioaktiv ion faol bo'lмаган reagent bilan titrlanadi.



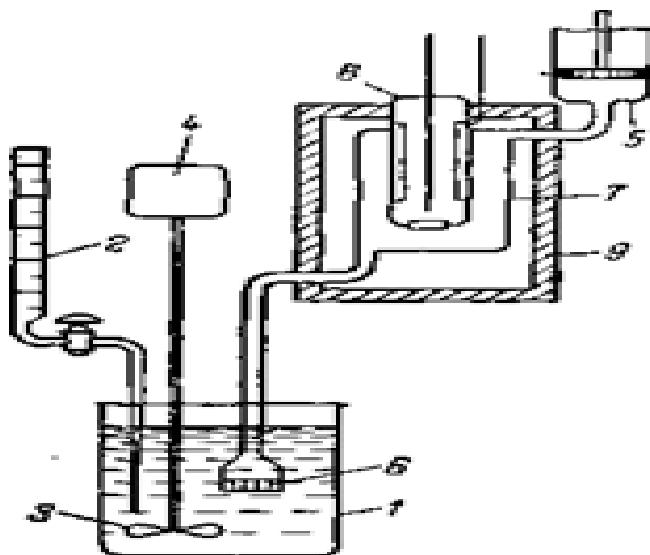
**2.63-rasm.** Ekstraktsiya bilan radiometrik titrlash grafikalari:

1 - suv bosimi; 2 - organik o'zgarishlar.

Titrlash jarayonida suvli fazaning faoliyati pasayadi va organik o'zgarishlar oshadi. Ekvivalent nuqtada kuzatiladi; titrlash chizig'i (/). Ikkinchi holda, inaktiv ion faol reagent bilan titrlanadi. Titrlash jarayonida kompleks shaklida faol reagent organik fazaga o'tadi va uning faolligi oshadi. Ekvivalentlik nuqtasida organik fazning faolligi maksimalga etib boradi va doimiy bo'lib qoladi va suvli fazaning faolligi - reaktiv bayt (//) tufayli ortadi. Uchinchi holatda, faol ion faol reagent bilan titrlanadi, suvli va organik fazalardagi faoliyat eprilerinde turli xil epimler (///) kuzatiladi. Bu usul, shuningdek cho'kma usuli ham eritmada bir nechta kationlarni aniqlash uchun ishlatilishi mumkin.

Adabiyotda radiometrik titrlash orqali bir qator elementlarning aniqlanishi ta'riflangan. Masalan, ko'plab elementlar fosfat bilan radioaktiv fosfor bilan titrlanadi; mis va ruh indikator sifatida radioaktiv ruh yordamida titrlanadi.

To'g'ridan-to'g'ri radioaktiv tahlil uchun asosiy vosita radiatsiya faollashtiruvchi manba hisoblanadi. Yuqorida aytib o'tilganidek,. Elementlarni faollashtirish uchun ular yuqori energiyali zarrachalar tomonidan bombardimon qilinadi: protonlar, deytronlar, a-zarralar yoki neytronlar. Zaryadlangan zarrachalar - siklatronlar, fazatronlar va h.k.larning tezlashtiruvchilari - yuqori energiyali protonlar, deyitronlar manbai sifatida ishlatiladi, masalan, bunday qurilmaning maqsadiga maqsadli ob'ekt qo'yib, ma'lum vaqt dan keyin faol materiallar olinadi. Faollashtirish uchun neytron oqimini olish zarur.



**2.64-rasm.** Titrlangan eritma joylashtirilishi.

1-vanna; 2-buretka; 3-vanna ichidagi suyuqlik aralashtirgich; 4-motor; 5-nasos; 6-filtrlash plastinkalari; 7-kamera; 8-o'lchovni hisoblagich; 9-qo'rg'oshinli quvur;

Radiokimyoviy titrlashda qo'yidagi asbobdan foydalaniladi (2.64-rasm). Bu erda titrlanadigan eritma 1-idishda aralashtiriladi, buretkaga 2 - ishchi eritma qo'shiladi. 3-vanna ichidagi suyuqlik, 4- motor bilan aralashtiriladi, 5-nasos orqali 6-filtrlash plastinkalari yordamida titrlanadi, 7-kameraga uzatiladi va 9-qo'rg'oshinli quvur orqali 8-o'lchovni hisoblagichga qayd etadi. Aniqlanib olingan eritma tugaganidan keyin yana titrlash idishiga qaytariladi va titrlash davom etadi.

Yuqorida aytib o'tilganidek, ekvivalent nuqta aniqlanadi va titrlash egri chizig'I chiziladi.

Tezligi jihatidan jarayonni bajarish va aniqligi yuqoriligi bilan ushbu radioaktiv usulni qo'llash deyarli barcha sohalarda ishlataladi.

Ushbu usul bilan ba'zi bir elementlarning aniqlanishi.

Sezuvchalik %	Elementlar
$10^{-5} — 10^{-6}$	Ca, Si, S, Fe, Zr, Bi
$10^{-6} — 10^{-7}$	Ni, Zn, Ge, Mo, Ag, Cd, Pt, Hg, Ce
$10^{-7} — 10^{-8}$	P. Cr. Co, Gd, Sb, Os, Pb
Выше $10^{-8}$	. Mn, Cu, In, W, Au, Sm

Vodorod, niobium, qo'rg'oshin va boshqa bir necha elementlarning ta'rifi radiokimyoviy usuli bilan tavsiflanadi, chunki bu usul namunadagi yaxlitlikni buzmasdan aniqlik berishga imkon beradi.

Radiokimyoviy tahlil usuli bir qator fizik-kimyoviy masalalarni hal qilishda va muhim analitik va fizika kimyoviy qatlamlarni aniqlash uchun keng qo'llaniladi. Ekstraksiyon jarayonlarini o'rganish va tarqatish usularini aniqlash uchun ishlatilishi mumkin. Elektrokimyoviy jarayonlarni o'rganayotganda oqimlarini almashtirishda aniqlash uchun foydalanish mumkin. Fizikaviy kimyolarda bu usul turli reaktsiyalar kinetikasini, katalizatorlarni o'rganishni va sirt jarayonlarini o'rganish uchun ishlatiladi.

#### **Nazorat savollari:**

1. Radiometrik titrlash orqali nechta komponentni aniqlash mumkin?
2. Radiokimyoviy tahlil nimani aniqlash uchun keng qo'llaniladi?
3. Elementning radioaktiv parchalanishi qaysi spektr bilan tavsiflanadi?
4. Radioaktiv parchalanish reaktsiyalariga misol yozing?

#### **2 bobga doir umumiy nazorat savollari:**

1. Optik tahlil usuli qaysi usulga kiradi?
2. Optik spektr necha asosiy oblastga bo'linadi?
3. Ko'rindigan yorug'lik uzunligiga qarab qanaqa ranglarga bo'ladi?
4. Optik xususiyatlarga qaysi omillar ta'sir qiladi?
5. Fotometrik tahlil usuli nimani aniqlashga asoslangan?
6. Moddalarni fotometrik aniqlash usullari necha xil bo'ladi?
7. Qo'shish usuli qaysi usulning turiga kiradi?
8. Fotometrik tahlildagi xatoliklari qaysi holatda uchraydi?
9. Fotometrik o'lchash texnikasi va asboblari nimalar kiradi?
10. Moddalarni fotometrik aniqlash usullari nimaga asoslangan?.
11. Fotokolorimetrik tahlil usulida nuring necha foizini o'tkazadi?
12. Eritmaning optik zichligini aniqlash qaysi asboblar yordamida amalga oshiriladi?

13. Namunadagi komponentlarning sifat va miqdoriy tarkibi nima orqali aniqlanadi?
14. Spektrni qo‘zg‘atish manbalari nimalar kiradi?
15. Emission optik tahlil qaysi turlarga bo‘linadi?
16. Yorug‘likni qabul qiluvchi moslamalarga nimalar kiradi?
17. Spektroskopik tahlil usullari tasnifi nimadan iborat?
18. Atom-absorbsion spektral tahlil nimani o’lchashga asoslangan?
19. Atom-absorbsion tahlilda qaysi xatoliklar uchraydi?
20. Molekulyar ishlatiladigan radiatsiya manbalarining tavsifini bering.
21. Polyarografik usul- qanaqa tok kuchini o’lchashga asoslangan?
22. Elektrodda ionlarni qayta ishlash jarayoni qaysi bosqichlarda bo'ladi?
23. Qattiq elektrodlardan foydalanganda qaysi munosabatlar kuzatiladi?
24. Moddalarni xromotografiyalashning mohiyati?
25. Xromatografik usullarni klassifikatsiyalarini ayting?
26. Xromatografik tahlilning mohiyati nimadan iborat?
27. Xromatografik kolonkada namuna nima yordamida kiritiladi?
28. Konduktometriya deb nimaga ataladi?
29. Konduktrometrik titrlashda elektr o’tkazuvchanlik qachon ortadi?
30. Amaliyotida konduktometrik titrlash usuli qachon ishlatiladi?
31. Yuqori chastotali titrlashning kondomometrik ko’rsatkichlarini afzalliklari qanaqa?
32. Kulonometrik taxlil nimani aniqlashga asoslangan?
33. Bevosita potensiometrik kulonometriya deb nimaga aytiladi?
34. Kumush galogenli kulonometr qanday ahamiyatga ega?
35. Qanaqa kulonometrlar mavjud?
36. Radiometrik titrlash orqali nechta komponentni aniqlash mumkin?
37. Radiokimyoviy tahlil nimani aniqlash uchun keng qo’llaniladi?
38. Elementning radioaktiv parchalanishi qaysi spektr bilan tavsiflanadi?
39. Radioaktiv parchalanish reaktsiyalariga misol yozing?
40. Potensiometriya tahlil qaysi tahlil usuliga kiradi?

42. Ishlatiladigan elektrodlar nomini aytинг?
43. Potensiyometrik titrlash qaysi eritmalarni ishlatishda qo'llaniladi?
44. Potentsiametrik usuli bilan aniqlashda nimalarni yodda tutish kerak?
45. “Ho‘l” va “quruq” tahlil usullari deb nimaga aytildi?
46. Sifat tahlil nimalarni yechishni o‘z ichiga oladi?
47. Tahlilning fizikaviy usullariga nimalar kiradi?
48. Tahlilning kimyoviy usullari deb nimaga aytildi?
49. Makro va mikro nahlil usullarida namuna qancha miqdorda olinadi?
50. Temir tuzini nordon eritmasiga qaysi tuz qo‘silsa turnbulin tuzi cho‘kmasi hosil bo‘ladi?

## GLOSSARI

<b>Абсолютная темпера- тура</b>	<b>mutlaq harorat</b>	<b>absolute temperature</b>	Kelvin darajasida ifodalangan 0° harorat.
<b>Абсорбат</b>	<b>absorbat</b>	<b>absorbate</b>	absorbatsiya jarayonida absorbentga yutiluvchi modda
<b>Абсорбент</b>	<b>Absorbent</b>	<b>absorbent</b>	absorbsiya jarayonida absorbatni yutuvchi modda
<b>Абсорбер</b>	<b>Absorber</b>	<b>absorber</b>	absorbsiya jarayonini amalga oshiradigan qurilma
<b>Абсорбция</b>	<b>Absorbsiya</b>	<b>absorption</b>	gazlar aralashmasidagi moddalarining suyuqlikning butun hajmiga yutilishi.
<b>Агент</b>	<b>Agent</b>	<b>agent</b>	sistemaga qo‘silgan jarayonni maqsadga muvofiq o‘zgartiruvchi modda yoki moddalar aralashmasi
<b>Агрегат</b>	<b>Aggregat</b>	<b>aggregate</b>	1)bir necha texnalogik birikmalardan tuzilgan qurilma. 2) mayda zarrachalarning o‘zaro birikib yiriklashgani.
<b>Адиабати- ческий процесс</b>	<b>Adiabatik jarayon</b>	<b>adiabatic process</b>	tashqi muhitdan mutloq ajratilgan sistemada boradigan jarayon
<b>Адсорбент</b>	<b>Shimuvchi</b>	<b>adsorbent</b>	sirti shimish qobiliyatiga ega bo‘lgan sintetik yoki tabiiy qattiq modda (mas: ko‘mir)

<b>Адсорбер</b>	<b>Shimdirgich</b>	<b>Adsorber</b>	shimilish jarayoni o‘tkaziladigan dastgoh
<b>Адсорбция</b>	<b>Shimilish</b>	<b>Adsorption</b>	eritmadi molekula va ionlarning qattiq jism sirtiga yutilishi
<b>Активатор</b>	<b>Faollantiruvchi</b>	<b>activator</b>	reaksiyaga kirishayotgan moddalarning faolligini oshiruvchi modda
<b>Активация</b>	<b>Faollantirish</b>	<b>activation</b>	moddaning fizik-kimyoviy faolligini oshirish
<b>Абсолютная темпера-тура</b>	<b>mutlaq harorat</b>	<b>absolute temperature</b>	kelvin darajasida ifodalangan O° harorat
<b>абсорбат</b>	<b>absorbat</b>	<b>absorbate</b>	absorbatsiya jarayonida absorbentga yutiluvchi modda
<b>Абсорбент</b>	<b>Absorbent –</b>	<b>absorbent</b>	absorbsiya jarayonida absorbatni yutuvchi modda
<b>Абсорбер</b>	<b>Absorber</b>	<b>absorber</b>	absorbsiya jarayonini amalga oshiradigan qurilma
<b>Абсорбция</b>	<b>Absorbsiya</b>	<b>absorption</b>	gazlar aralashmasidagi moddalarning suyuqlikning butun hajmiga yutilishi
<b>Агрегат</b>	<b>Aggregat</b>	<b>aggregate</b>	1)bir necha texnologik birikmalardan tuzilgan qurilma. 2) mayda zarrachalarning o‘zaro birikib yiriklashgani.
<b>Анион</b>	<b>Anion</b>	<b>acid ion</b>	elektroledning suvda eriganidan hosil bo‘lgan manfiy qutbli mayda zarrachalar (ionlar).
<b>Аниониты</b>	<b>Anionitlar</b>	<b>anionite</b>	o‘z anionlarini almashtirish qobiliyatiga ega bo‘lgan ion almashtiruvchi modda
<b>Аппарат</b>	<b>Dastgoh</b>	<b>apparatus</b>	jarayonlarni amalga oshirish uchun yasalgan qurilma uskuna.
<b>Ариометр</b>	<b>Areometr</b>	<b>hydrometer</b>	suyuqlikning solishtirma og‘irligini o‘lchaydigan asbob
<b>Аерация</b>	<b>Aeratsiya</b>	<b>aeration</b>	suyuqliklarni havo bilan to‘yintirish
<b>Аэрозоль</b>	<b>Aerozol</b>	<b>aerosol</b>	ichida qattiq yoki suyuq

			zarrachalar muallaq joylashgan gaz muhitli kolloid sistema
<b>Аеросмесь</b>	<b>Havo aralashmasi</b>	<b>aeromixture</b>	qattiq yoki suyuq yonilg‘ilarning havo bilan aralashmasi
<b>Бак</b>	<b>Suvdon</b>	<b>tank\ vat</b>	suv yoki boshqa suyuqlik saqlanadigan idish
<b>Бактерия</b>	<b>Bakteriya</b>	<b>bacterium</b>	bo‘linish yo‘li bilan ko‘payuvchi oddiy va bir hujayrali yadrosiz mikroorganizm
<b>Бактериальное выщелачивание</b>	<b>Bakteriyali tanlab eritish</b>	<b>bacterial-leaching</b>	ruda yoki boyitmalardan metallar va ularning tabiiy birikmalarini suvli muhitda bakteriyalar ishtirokida tanlab eritish
<b>Бактериологическое обогащение</b>	<b>Bakteriyal boyitish</b>	<b>bacteriological enrichment</b>	foydali qazilmalarni bakteriyalar ishtirokida boyitish
<b>Водяная баня</b>	<b>Qosqon</b>	<b>water bath</b>	kichik hajmli kimyoviy idishlarni va ularning ichidagi ashyolarni isitish yoki sovutish uchun ishlatiladigan suvli idish
<b>Бассейн</b>	<b>Havza</b>	<b>basin</b>	havo yoki suyuq modda to‘plangan joy
<b>Биотехнология</b>	<b>Beotexnologiya</b>	<b>biotechnology</b>	mikroorganizmlar ishtirokida ruda tosh va boyitmalardan metallarni ajratib olish usuli.
<b>Благородные металлы</b>	<b>Nodir metallar</b>	<b>noble metal</b>	oltin, kumush, platina va platinoidlar (palladiy ,iridiy ,radiy ,ruteniy va osmiy) ning texnika va fandagi umumiy nomi.Ularning tashqi ko‘rinishi chiroyli va kimyoviy turg‘un bo‘lganligi uchun shunday nom berilgan.
<b>Ванна</b>	<b>Tos</b>	<b>pool</b>	suyuqlik uchun mo‘ljallangan to‘rtburchakli yoki yumaloq idish
<b>Вентиляция</b>	<b>SHamollatish</b>	<b>ventilation</b>	bino,xona havosini yaxshilash maqsadida havo almashtirish
<b>Влагосодержащие</b>	<b>Namlik</b>	<b>moisture content</b>	ashyolarning tarkibidagi suvning miqdori
<b>Влагомер</b>	<b>Nam</b>	<b>moisture</b>	materialning namligini o‘lchash

	<b>o‘lchagich</b>	<b>meter</b>	<b>asbobi</b>
<b>Влагопоглощение</b>	<b>Namtortishlik</b>	<b>moisture absorption</b>	materiallar va buyumlarning suvini yutish va o‘zida saqlab turish xossasi.
<b>Влагостойкость</b>	<b>Namga chidamlilik</b>	<b>moisture resistant</b>	ashyolarning vaqt davomida nam havoda o‘z hususiyatini yo‘qotmay turish qobiliyati.
<b>Влажность</b>	<b>Namlik</b>	<b>humidity dampness</b>	ashyodagi suvning miqdori
<b>Внутренняя энергия</b>	<b>Ichki energiya</b>	<b>internal energy</b>	sistemaning ichki holatiga bog‘liq bo‘lgan energiya
<b>Водоочистка</b>	<b>Suvni tozalash</b>	<b>water treatment</b>	idishga va sanoatda ishlatishga halaqit beradigan moddalarni suvdan chiqarib tashlash jarayoni
<b>Водоподготовка</b>	<b>Suv tayyorlash</b>	<b>water treatment</b>	svjni iste’molchi uchun etadigan miqdorda va talabdagi tozalikda tayyorlab berish jarayoni
<b>Водоснабжение</b>	<b>Suv ta’minoti</b>	<b>water supply</b>	korxonani etarli miqdorda suv bilan ta’minlash ishlari
<b>Восстановитель</b>	<b>Qaytaruvchi</b>	<b>ignition</b>	oksidlanish-qaytarilish reaksiyasida elektron berish qobiliyatiga ega bo‘lgan modda
<b>Выход концентрат а</b>	<b>Boyitma chiqishi</b>	<b>outlet of concentrate</b>	boyitish jarayoni natijasida chiqqan boyitma massasini dastlabki ashylolar umumiy massasiga nisbati, foizlar hisobida.
<b>Выход (металла) по энергии</b>	<b>Energiya bo‘yicha(metallning)chi qishi</b>	<b>power efficiency</b>	elektroliz jarayonida foydali ishga sarflangan energiya miqdorini ko‘rsatuvchi kattalik.
<b>Выщелачивание</b>	<b>Tanlab eritish</b>	<b>leaching</b>	ruda va boyitmalaridan maxsus sharoitlarda metallarni eritmaga o‘tkazish jarayoni
<b>Выпаривание</b>	<b>Bug‘lanish</b>	<b>evaporation</b>	moddani qaynash haroratidan yuqori darajada qizdirib ,gaz holatiga o‘tkazish
<b>выброс</b>	<b>Otilma</b>	<b>ejection,outburst</b>	suyuq ashylolar ichida gazlarning to‘planib qolishi

			natijasida, ularning otilib chiqish jarayoni
<b>Вскрытие</b>	<b>Yuzani ochish</b>	<b>breac-drown</b>	reaksiyaga kirishayotgan moddani o‘rab turgan nojins elementlardan tozalash.
<b>Вязкость</b>	<b>Qovushqoqlik</b>	<b>viscosity</b>	harakatlanayotgan suyuqlik yoki gaz qatlamlarining bir-biriga ko‘rsatayotgan qarshiligidagi ifodalovchi kattalik, qarshilik miqdori molekulalarning o‘zaro tortishuv kuchlariga bog‘liq
<b>Вяжущие материалы</b>	<b>qovushtiruvchilar</b>	<b>binder</b>	olovbardosh g‘ishtlarni tayyorlashda ularning tarkibiga qo‘shiladigan organik va anorganik moddalar(mas:ohak, sement, va b.).
<b>Десорбция</b>	<b>Desorbsiya</b>	<b>desorption</b>	yutilgan ionlarni qattiq (yoki suyuq) modda tarkibidan chiqarish. Sorbsiyaga teskari jarayon.
<b>Десорбер</b>	<b>Desorber</b>	<b>desorber</b>	desorbsiya jarayonini amalgalash oshiruvchi dastgoh
<b>Диаграмма</b>	<b>Diagramma</b>	<b>diagram</b>	taqqoslanayotgan kattaliklar orasidagi bog‘lanishlarni yaqqol ko‘rsatuvchi chiziqli tasvir.
<b>Диспергирование</b>	<b>Dispirslash</b>	<b>dispersion</b>	suyuqlik muhitida erimaydigan qattiq yoki suyuq moddani hajmda teng taqsimlanishini taqsimlanishini ta’minlash, maydalash
<b>Дисперсность</b>	<b>Disperlik</b>	<b>dispersivity</b>	mayinlik (maydalik) darajasi
<b>Диссоциация</b>	<b>Dissotsiatsiya</b>	<b>dissociation</b>	kimyoviy parchalanish
<b>Добыча</b>	<b>qazilma</b>	<b>mining</b>	konlardan qazib olingan mahsulot
<b>Дымоход</b>	<b>Tutunquvur</b>	<b>smoke stack</b>	pechlardan chiqayotgan gazlarni mo‘riga o‘tkazib qo‘yadigan

			kanal.
<b>Золи</b>	<b>Zollar</b>	<b>sols</b>	suyuq dispers muhitdagi yuqori derspersli kolloid sistema
<b>Золото</b>	<b>Oltin</b>	<b>gold</b>	nodir metallarga mansub kimyoviy unsur,belgisi Au,t.s.79,at.m.196.967.chiroyli sariq rangli metall.E.x. $1063^0$ S.kislotalarda erimaydi.
<b>Известко-вая вода</b>	<b>Ohakli suv</b>	<b>limewater</b>	kalsiy asosining to‘yingan eritmasi.
<b>Известковое молоко</b>	<b>Ohak suti</b>	<b>lime milk</b>	ohakli suvdagi suzib yuruvchi so‘ndirilgan ohak $\text{Ca}(\text{OH})_2$ zarrachalari.
<b>Известняк</b>	<b>Ohaktosh</b>	<b>limestone</b>	asosan $\text{CaCO}_3$ tashkil topgan tog‘ jinsi.
<b>Известь</b>	<b>ohak</b>	<b>lime</b>	ohaktoshni kuydirish jarayonida olingan mahsulot ( $\text{CaO}$ ).
<b>Извлечение</b>	<b>Ajralish</b>	<b>extraction</b>	texnalogiya jarayonlarida dastlabki ashyolardan foydalanish darajasining ko‘rsatkichi.ajralayotgan moddaning olingan mahsulotdagi massasi uning dastlabki ashyodagi umumiy massaga nisbati bilan aniqlanadi,foizlar hisobida
<b>Кислота</b>	<b>Kislota</b>	<b>acid</b>	Tarkibida harakatchan vodorod atomlari bo‘lgan kimyoviy birikmalar sinfi.
<b>Кислотность</b>	<b>Nordonlik</b>	<b>acidity</b>	Eritmalardagi vodorod ionlarining miqdorini anglatuvchi tushunchasi.uning miqdori pH ning qiymati bilan belgilanadi.
<b>Кислотостойкость</b>	<b>Nordonbar doshlik</b>	<b>acid resistance</b>	Buyum va jismlarning nordon muhitda o‘z xossalariini saqlab qolish qobiliyati
<b>Лакмус</b>	<b>Lakmus</b>	<b>litmus</b>	Tabiiy ranglanuvchi modda.Muhutning tasnifini

			aniqlash uchun ishlataladi.(nordon muhitda ko‘karadi,ishqoriy muhitda qizaradi).
<b>Лом</b>	<b>Lom</b>	<b>crow-bar</b>	Ishdan chiqqan mashina,uskuna va boshqalarning metalli bo‘lagi.
<b>Люк</b>	<b>Tuynuk</b>	<b>chute</b>	Metallurgiya dastgohlarining ustki qismidan ochilgan eshikli teshik.Ulardan dastgoh ichida borayotgan jarayonlarni nazorat qilish uchun foydalaniladi.
<b>Набухание</b>	<b>Bo‘kish</b>	<b>swelling</b>	Atrof muhitdan suyuqlik yoki bug‘ni yutish hisobiga qattiq jismlar hajmining kengayishi.
<b>Насос</b>	<b>Nasos</b>	<b>pump</b>	Suyuqlik va gazlarni bosim ostida harakatga keltiruvchi gidromashina.
<b>Насыпь</b>	<b>To‘kma</b>	<b>Embankment</b>	Sochiluvchan ashyolar (tuproq,qum,ruda) uyumi.
<b>Обезвоживание</b>	<b>Suvsizlantir ish</b>	<b>Dehydration</b>	moddadagi erkin bog‘lanmagan suvni ajratib chiqarish jarayoni.Bu tindirish,suzish yoki moddani qizdirish yo‘li bilan amalga oshiriladi
<b>Обезмеживание</b>	<b>Missizlantir ish</b>	<b>Decopperization</b>	Metall,qotishma,toshqol va boshqa ashyolardan misni chiqarib olish jarayoni.
<b>Обезуглероживание</b>	<b>Ko‘mirsizla ntirish</b>	<b>Decarburization</b>	Suyuq metall tarkibidagi uglerodni yo‘qotish jarayoni.
<b>Обессериование</b>	<b>Oltингugurt sislantirish</b>	<b>desulphurization</b>	YUqori haroratda moddalar tarkibidagi oltingugurtni oksidlash yo‘li bilan kamaytirish
<b>Осадок</b>	<b>Cho‘kma</b>	<b>precipitate</b>	CHO‘ktirish jarayonidan olingan qattiq mahsulot.
<b>Осаждение</b>	<b>Cho‘ktirish</b>	<b>Precipitation</b>	Suspenziya va emulsiyalardan mayda,qattiq zarralarni og‘irlik kuchi ta’sirida ajratish.
<b>Пассиватор</b>	<b>Susaytirgich</b>	<b>passivator</b>	Jarayonning tezligini sekinlashtiruvchi moddalar

			(asosan oksidlovchila
<b>ПДК (предельно допустимая концент- рация)</b>	<b>REK (ruxsat etilgan konsentratsi ya)</b>	<b>safeconcentrat ion</b>	Zaharli moddalarning insonga zarar etkazmaydigan konsentratsiyasi.
<b>Радиоактив -ность</b>	<b>Radiofaollik</b>	<b>Radioactivity</b>	Radiy .aktiniy va boshqa unsurlar atomlarining o‘z-o‘zidan emirilib,alfa,betta,gamma nurlar chiqarib,boshqa elementlarga aylanib turish xodisasi.
<b>Раствори- тель</b>	<b>Erituvchi</b>	<b>solvent</b>	Moddalarni eritish xususiyatiga ega bo‘lgan suyuqlik.
<b>Растворение</b>	<b>Eritish</b>	<b>dissolution</b>	Moddani erituvchi ta’siri ostida suyuq holatga keltirish.
<b>Раствор</b>	<b>Eritma</b>	<b>solution</b>	Ikki yoki undan ortiq a’zolardan iborat bir jinsli aralashma. Eritmalar: buferli,ideal,qattiq, qotishma,suyuq,gazli,va h.k.bo‘ladi.Eritma va erituvchidan iborat.
<b>Реагент</b>	<b>Reagent</b>	<b>reagent</b>	Kimyoviy reaksiyada ishtirok etuvchi modda.
<b>Реактив</b>	<b>Reaktiv</b>	<b>chemical agent</b>	Laboratoriya, ilmiy tadqiqot tajribalarida ishlatiladigan kimyoviy modda
<b>Реактор</b>	<b>Reaktor</b>	<b>reactor</b>	kimyoviy reaksiyalar o‘tkaziladigan dastgoh.
<b>Реакция</b>	<b>Reaksiya</b>	<b>reaction</b>	Moddalar,ion,molekula yoki zarralar o‘rtasidagi o‘zaro ta’sirlashish jarayoni.
<b>Седимен- тация</b>	<b>CHo‘kish</b>	<b>Sedimentation</b>	Gravitatsion maydon va markazdan qochma kuch yordamida eritmadan qattiq modda zarralarining o‘lchamiga qarab qatlam-qatlam bo‘lib cho‘kishi
<b>Селектив-</b>	<b>Tanlab</b>	<b>selective</b>	Metallni yoki metall birikmalarini

<b>ное извлечение</b>	<b>ajratish</b>	<b>extraction</b>	kon mahsulotlaridan tanlab ajratib olish
<b>Селективные реагенты</b>	<b>Saylanma reaktivlar</b>	<b>selective reagent</b>	Ko‘p ionlar orasidan bir xil ionlar bilangina reaksiyaga kirishuvchi moddalar
<b>Скважина</b>	<b>Quduq</b>	<b>hole</b>	Suyuq yoki gaz holidagi moddalarni er ostidan chiqarib olish uchun mo‘ljallangan qurilma.
<b>Смола</b>	<b>Qatron</b>	<b>resin</b>	YUqori polemirli uglevodlar zanjirining fazoviy turidan tashkil topgan,tarkibida ion almashuvi faol guruhlari bo‘lgan organik qattiq modda.
<b>Фаза</b>	<b>faza</b>	<b>phase</b>	CHegara sirtlari bilan ajratilgan va tashqi kuch ta’sir qilmaganda o‘zining barcha nuqtalarida bir xil fizik xossalarga ega bo‘lgan sistema.
<b>Фарфор</b>	<b>Chinni</b>	<b>porcelain</b>	Suyuqlik va gazlarni shimmaydigan, tuproq, qum, kaolinit va dala shpati qorishmasiga shakl berilgandan keyin yuqori haroratda qizdirib olinadigan oq sopol.
<b>Хвосты</b>	<b>Chiqitlar</b>	<b>tailings</b>	Tarkibida metall miqdori kam bo‘lgan keraksiz jinslar. Ular chiqindixonalarda saqlanadi. Keyinchalik uni xom ashyo sifatida ishlatish mumkin.
<b>Цветные металлы</b>	<b>Rangli metallar</b>	<b>non-ferrous metal</b>	Temir va uning birikmalaridan boshqa hamma metallarning sanoatdagi umumiyl nomi.
<b>Цианирование</b>	<b>Sinillash</b>	<b>Cyanidation</b>	Nodir metallarni sinil eritmasi bilan tanlab eritish jarayoni.
<b>Чан</b>	<b>Chan</b>	<b>precipitator</b>	Katta chuqur to‘garak idish. Bo‘tanani aralashtirish,tindirish uchun ishlatiladi.

<b>Щелочь</b>	<b>Ishqor</b>	<b>alkali</b>	Suvda yaxshi eriydigan metall gidrooksidi.
<b>Щелочнозе мелные металлы</b>	<b>Ishqoriy er metall</b>	<b>alkali earth metal</b>	Kalsiy, stronsiy, seziy, bariy, rodiylarning umumiyl nomi.
<b>Щелочные металлы</b>	<b>Ishqoriy metall</b>	<b>alkalimetal</b>	Natriy, litiy, kaliylarning fandagi umumiyl nomi.
<b>Эвтектика</b>	<b>Evtektika</b>	<b>eutectic</b>	Ikki yoki undan ortiq moddalarining shunday nisbatdagi aralashmasiki , uning erish harorati boshqa har qanday nisbatdagi aralashmalarning hamda alohida- alohida komponentlarning erish haroratidan past bo‘ladi.
<b>Эквивалент</b>	<b>Teng qiymat</b>	<b>equivalent</b>	(Qarang:Ximicheskiy ekvealent).
<b>Экзотермич еская реакция</b>	<b>Ekzotermik reaksiya</b>	<b>exothermic reaction</b>	Issiqlik chiqarish bilan boradigan reaksiya.
<b>Экспресс- анализ</b>	<b>Tezkor tahlil</b>	<b>express train</b>	Texnologik jarayonlarni nazorat qilish uchun qo‘llaniladigan tadbir va kimyoviy tahlil usullari.
<b>Экстраген- тенты</b>	<b>Ekstragentl ar</b>	<b>extraagent</b>	Eritmadagi ion va molekulalar bilan birikma hosil qiluvchi va hosil bo‘lgan birikmasi boshqa biror organik suyuqlikda eruvchi organik modda.
<b>Экстраги- рование</b>	<b>Ekstraksiya lash</b>	<b>extraction</b>	Eritmadagi ion va molekulani organik fazaga o‘tkazish.
<b>Экстрактор</b>	<b>Ekstraktor</b>	<b>extractor</b>	Ekstraksiyalash dastgohi.
<b>Эксперемин талный цех</b>	<b>Tajriba sexi</b>	<b>experimental plant</b>	Yangi taklif qilingan texnalogik jarayonlarni amalda sinab ko‘rish uchun ishlatiladigan dastgohlar o‘rnatilgan bino.

## **ADABIYOTLAR.**

1. Лебедова М.И. Аналитическая химии и физико-химические методы анализа - Тамбов ТГТУ, 2005.
2. Мовчан Н.И., Горбунова Т.С., Евгеньева И.И., Романова Р.Г. Физико-химические и физические методы анализа. -Казань: КНИТУ., 2013.
3. Крещков Г.Д.Основы аналитический химии-М.:МГУ, 2000.
4. Ляликов Г.Ф., Физико-химический метода анализа. - М:Химия, 2000.
5. Modern Analytical Chemistr. Chemical analysis in non ferrous extractive metallurgy, by RAGHAVAN. 2012
6. Material Behavior and Physical Chemistry in Liquid Metal Systems, by H. U. Borgstedt, Sep 12, 2014
7. Миркомилова М. Аналитик кимё, -Т.:ТашДТУ, 2001.
8. Стифатов Б.М., Лосева М.А., Рублинецкая Ю.В. Аналитическая химии и физико-химические методы анализа -СПБ.:ГТУ, 2004.
9. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б. Таҳлилнинг физика-кимёвий усууллари фанидан маъruzалар тўплами. - Т.: ТошДТУ, 2000
10. [http://www.servon\\_ru](http://www.servon_ru),
11. [www.misis.ru](http://www.misis.ru).
12. <http://www.diztoplivo.ru>,
13. <http://ssau.saratov.ru>
14. [www.edu.ru/db/portal/spe/index.htm](http://www.edu.ru/db/portal/spe/index.htm).