

**O'ZBYEKISTON RYESPUBLIKASI OLIY VA O'RTA
MAXSUS TA'LIM VAZIRLIGI**

QARSHI DAVLAT UNIVYERSITYETI

«Kimyo» kafedrası

“ANALITIK KIMYO”

(Miqdoriy analiz)

Qarshi-2006

Tuzuvchi: ass. Shodiev G'olib

Taqrizchilar: Qarshi Davlat universiteti
"Kimyo" kafedrası
.k.f.n dots. E.Yoqubov

Qarshi Muxandislik Iqtisodiyoti instituti
"Kimyo va kimyo texnologiya" kafedrası
k.f.n. dots. X.Raxmatov

"Analitik kimyo" fanidan miqdoriy analiz qismidan ma'ruza matnining qisqacha mazmuni, shu fan bo'yicha tayyorlangan bo'lib Kimyo bakalavr yo'nalishlari uchun tuzilgan namunaviy dastur asosida bayon qilingan bo'lib, u shu yo'nalish bo'yicha ta'lim oluvchi talabalar uchun mo'ljallangan..

Ma'ruza matni to'plami "Kimyo" kafedrasining "_____"
_____ 2006 yil yig'ilishida, №__ Kimyo-biologiya fakulteti
uslubiy kengashining "_____" _____ 2006 yil yig'ilishida,
bayon №__ va Universitet uslubiy kengashining
"_____" _____ 2006 yil yig'ilishida bayon №_____
ko'rib chiqilgan va chop etishga tavsiya etilgan.

Fan bo'yicha rejalashtirilgan ma'ruzalar mavzusi va ular uchun ajratilgan vaqt.

№	Ma'ruza mavzulari	Ajratilgan soat	Izox
		Kimyo II-kurs	
1	Miqdoriy analizning mohiyati va uning usullari.	4	
2	Tortma analizning nazariy asoslari.	6	
3	Xajmiy analiz.	6	
4	Neytrallanish usullarini nazariy asoslari.	4	
5	Kompleks birikmalar hosil bo'lishiga va cho'ktirishga asoslangan usullar.	4	
6	Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarining analitik kimyoda qo'llanilishi.	2	
7	Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalariga asoslangan titrimetrik analiz usullari.	2	
8	Miqdoriy analizning fizikaviy va fizik-kimyoviy analiz usullari.	4	
9	Xromatografik va elektrometrik analiz.	2	
	Jami:	34 soat	

SO'Z BOSHI.

Keyingi yillarda analitik kimyo fanining xalq – xo'jaligidagi roli tobora kengayib bormokda. Qishloq xo'jaligi uchun mineral o'g'itlar, o'simliklarni turli zararkunandalardan ximoya qilish preparatlari (gerbetsid, pestitsid shu kabilar) ishlab chiqarishda, analitik kimyoning roli beqiyos.

Meditsinada dori – damonlar tayyorlash ham analitik kimyo usullaridan foydalanib o'tkaziladi. Ushba ma'ruza matnini analitik kimyo fanining miqdor analiz bo'limidan tayyorlangan bo'lib unda, uning eng muhim qonuniyatlari ochib beriladi.

Kimyoviy usullardan foydalanib, moddaning miqdoriy xususiyatlari o'rganiladi. Albatta bunda tortma, hajmiy, gaz analiziga tayaniladi. Moddaning miqdoriy jihatdan aniqlashda fizik – kimyoviy analiz usullari keng qo'llaniladi, optik, kolorimetrik, potentsiametrik, konduktometrik, polyarografik, elektrogravimetrik analizi usullari shular jumlasidandir.

O'zining sezgirligi va aniq natijalarini berishda fizik – kimyoviy usullarning ahamiyati juda katta.

Talabalar analitik kimyo fanining, yuqorida keltirilgan usullaridan foydalanib moddalarning miqdori to'g'risida to'g'ri tasavvurga ega bo'ladilar.

1-ma'ruza. MIQDORIY ANALIZNING MOHIYATI VA UNING USULLARI.

RYEJA:

- 1.1. Miqdoriy analiz va uning vazifalari.
- 1.2. Kimyoviy analiz usullari:
- 1.3. Tortma analiz
- 1.4. Xajmiy analiz.
- 1.5. Fizik –kimyoviy analiz.
- 1.6. Optik analiz usuli.
- 1.7. Elektrokimyoviy analiz usuli.
- 1.8. Xromatografiya analiz usuli
- 1.9. Fizikaviy analiz usullari.

Adabiyot 1.2.3.

Tayanch iboralar:

Tarkib, optik analiz, xromatografiya, element, qotishma, eritma, uglevod, adsorbtsiya, adsorbent, regeneratsiya anion.

1.1. Miqdoriy analiz va uning vazifalari

Analitik kimyoning miqdoriy analiz bo'limi tekshirilayotgan modda tarkibini miqdor jihatdan o'rganadigan usullar majmuasidan iborat. Bu usullar yordamida ayrim birikmalar tarkibidagi elementlar yoki aralashma, qotishma va eritmalar tarkibidagi birikmalar miqdorini aniqlash mumkin. Tekshirish natijasida olingan natijalar odatda protsentlarda ifodalanadi.

Qishloq xo'jaligida azotli, fosforli yoki kaliyli o'g'itlar tarkibidagi mikroelementlarni, o'simliklar mevasidagi uglevodlarni aniqlashda va chorva mollari uchun tuzilgan ozuqalar ratsioni tarkibini, veterinariya klinikalarida qon va boshqa biologik materiallarning tarkibini o'rganish uchun

miqdoriy analiz usullaridan bevosita foydalaniladi. Demak bioximiya, agroximiya tuproqxunoslik o'simlik va xayvon fiziologiyasi fanlari miqdoriy analiz bilan chambarchas bog'liqdir. Sanoat va metallurgiyada ham kimyoviy texnologik protsesslarni miqdoriy analiz usullari yordamida nazorat qilib turiladi, foydali kazilmalar topishni esa miqdoriy analizsiz tasavvur etish ham kiyin

Qishloq xo'jaligi amaliyotida tuproq, o'simliklar, o'g'itlar, zaxarli ximikatlar va ozuqalar tarkibi miqdoriy jihatdan tekshiriladi. Tuproqning tarkibini o'rganish tufayli o'simliklarni normal rivojlanish uchun zarur bo'lgan elementlarning tuproq tarkibida tarkalish darajasi aniqlanadi. Miqdoriy analiz usullari yordamida zaxarli ximikatlarni ta'siri eng samarali bo'lgan chegara aniqlanadi. Chorva mollariga beriladigan ozuqaning to'yimli bo'lishi uchun ratsionni to'g'ri tuzish maqsadida ozuqa tarkibi kimyoviy jixatdan analiz qilinadi.

Miqdoriy analizlarni bajarishda kimyoviy usullar bilan bir qatorda fizik kimyoviy hamda fizikaviy usullar keng qo'llaniladi.

1.2. Kimyoviy analiz usullari

Kimyoviy analiz usullariga quyidagilar kiradi:

1. Tortma (Gravimetrik) analiz.
2. Xajmiy (titrimetrik) analiz
3. Gaz analizi .

1.3. Tortma analiz. Bu usul juda qadimdan ma'lum va yetarli darajada aniq natijalar beradi, lekin uni bajarish uchun ko'p vaqt ketadi. Analiz quyidagi tartibda bajariladi: Masalan : Sulfatlar tarkibidagi SO_4^{2-} sulfatlar aralashmasidan olingan namuna analitik tarozida tortiladi, namuna eritmaga o'tkaziladi va eritmaga $BaCl_2$ eritmasidan tomizib SO_4^{2-} ionlari $BaSO_4$ xolida to'liq cho'ktiriladi, $BaSO_4$ ning analitik tarozida aniqlangan massasiga ko'ra SO_4^{2-} ionining protsent miqdori xisoblab topiladi.

9.4. Elektrometrik analiz va uning qo'llanilishi.
Eritmalarning pH qiymatini potentsiometrik usulda aniqlash.

Foydalanilgan adabiyotlar

6.2. Oksidlanish- qaytarilish reaksiyalarida ishlatiladigan indikatorlar.

6.3. Oksidlanish qaytarilish reaksiyalarining tezligi.

6.4. Oksidlanish qaytarilish usuli bilan titrlashda ishlatiladigan qo'shimcha reaksiyalar

6.5. "Yondosh" yoki "turtki" reaksiyalar.

7. Oksidlanish - qaytarilish reaksiyalariga asoslangan titrimetrik analiz usullari.

7.1. Permanganometriya usulining mohiyati.

7.2. Permanganometriyaning qo'llanilishi.

7.3. Oksidlanish-qaytarilish protsessida ishtirok etmaydigan ionning miqdorini aniqlash.

7.4. Xromometriya usulining asosiy tushunchasi.

7.5. Yodometriya.

8. Miqdoriy analizning fizikaviy va fizik-kimyoviy usullari.

8.1. Fotometriya va kolorimetriya usulining mohiyati.

8.2. Buger-Lambert- Ber qonuni va uning fizik mohiyati

8.3. Eritmalarning rangini solishtirish usullari

A) Vizual solishtirish usuli.

B) Fotokolorimetrik solishtirish usuli

8.4. Kolorimetriyaning qo'llanilishi.

Fe^{3+} ионини колориметрик усулда аниқлаш.

9. Xromatografik va elektrometrik analiz usullari.

9.1. Xromatografik analiz usulida qo'llaniladigan ionitlar

9.2. Ion almashinish xromatografiyasining qo'llanilishi.

Suyultirilgan eritmalarning ionlar yordamida kontsentrlash.

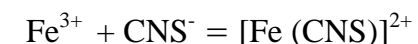
9.3. Selitra tarkibidagi nitratlar miqdorini aniqlash

1.4. Xajmiy analiz. Klassik usullardan biri xisoblanadi. Reaksiyaga kirishayotgan eritmalar hajmini o'lchashga asoslangan. Ulardan birini konsentratsiyasi ma'lum bo'lib, ikkinchi eritmaning konsentratsiyasi titrlash natijasida hisoblab topiladi.

Gaz analizi. Bu usulning asl mohiyati shundan iboratki, gazlar aralashmasi maxsus reaktiv eritmasi orqali o'tkazilganda ayrim komponentlarning eritmaga yutilishi tufayli gazlar aralashmasining hajmi kamayadi. Ana shunga asoslanib aralashmadagi ba'zi gazlarning protsent miqdori aniqlanadi. Masalan, gazlar aralashmasi tarkibidagi karbonat anhidrid miqdori ma'lum hajmdagi gazlar aralashmasini uyuvchi natriy eritmasi bilan aralashtirib chayqatish yo'li bilan aniqlanadi. Bunda ishqor eritmasi CO_2 gazini to'liq yutadi.

1.5. Fizik- kimyoviy analiz usullari.

Fizik-kimyoviy usullarni asosan uch gruppaga ajratish mumkin. Ular optik, elektrokimyoviy va xromatografik analiz usullaridir. Qishloq xo'jaligiga taaluqli izlanishlarda optik analizlardan biri kalorimetrik analiz keng qo'llaniladi. Turli ob'ektlar tarkibidagi mikroelementlar miqdori ana shu usul yordamida aniqlanadi. Kalorimetrik analiz usulida aniqlanishi zarur bo'lgan komponent rangli birikmaga o'tkaziladi. Hosil bo'lgan rangning intensivligidan foydalanib aniqlanayotgan komponentning miqdori to'g'risida xulosa qilinadi. Masalan, biologik ob'ekt tarkibidagi Fe^{3+} kationi miqdorini aniqlash uchun temir (III) ion eritmaga o'tkaziladi va unga NH_4CNS eritmasidan qo'shiladi.



Hosil bo'lgan kompleks ionlar eritmani qizil -qon ranga bo'yaydi. (Bu reaksiyaga temir (II) ionlari xalal bermaydi). Kalorimetrik analizda tekshirilayotgan va standart eritmalarga reaktivlar bir xil miqdorda, birin ketin solinadi.

Eritmalar rangini solishtirishda bir xil tipdagi idishlardan va bir xil tabiatli nurdan foydalaniladi. Standart eritma bilan tekshirilayotgan eritma ranglarini solishtirishni bir qancha usullari mavjud. Vizual usulda eritmalar rangi solishtiriladi. Eritmalarning rangini solishtirishda fotoelementdan ham foydalanish mumkin., bu usul fotokolorimetrik usul deb ataladi.

1.6. Optik analiz usullariga spektrofotometriya, fotometriya, alanga fotometriyasi, atom absorbtсион analiz va lyuminescent analiz kabi usullar ham kiradi.

1.7. Elektro kimyoviy analiz usuli. Tekshirilayotgan modda tarkibidagi aniqlanayotgan moddaning elektrokimyoviy xususiyatlardan foydalaniladi-gan bir qancha analiz usullari mavjud. Potentsiometrik, konduktometrik, polyarografik va elektrogravimetrik usullar xalq xo'jaligining turli tarmoqlariga oid laboratoriyalarda muvaffakiyat bilan qo'llanilib kelmoqda.

Potentsiometrik usul. Eritmaga tushirilgan elektrodda vujudga keladigan potentsialni o'lchashga asoslangan. Potentsialning kattaligi eritmadagi ionlar konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional bo'ladi. Masalan, mis elektrodning potentsiali kattaligi u tushirilgan mis (II) sulfat eritmasidagi mis (II) ionlarini konsentratsiyasiga bog'liq ravishda o'zgaradi. Ana shu bog'lanish boshqa metallar va ularning eritmaları orasida ham mavjud va u yordamida. eritmadagi ionlar konsentratsiyasini aniqlash mumkin. Bunda metall eletrod tarkibidagi tuz konsentratsiyasi noma'lum eritmaga tushiriladi va elektrodda paydo bo'lgan potentsial o'lchanadi.

Konduktometrik usul. Temperaturaning ma'lum qiymatida eritmadagi elektrolit konsentratsiyasi bilan eritmaning elektr o'tkazuvchanligi orasidagi bog'lanishga asoslangan. Odatda eritmaning konsentratsiyasi qancha yukori bo'lsa, uning elektr o'tkazuvchanligi shuncha katta bo'ladi. Shunga ko'ra konduktometrik usuldan miqdoriy analizda samarali foydalanish mumkin.

Polyarografik analiz usuli ham tekshirilayotgan eritmani

4.1. Neytrallash usulining mohiyati.

4.2. Neytrallash usulida qo'llanadigan indikatorlar.

4.3. Titrlash egri chiziklari.

4.4. Titrlash tartibi.

Silosning kislotaligini aniqlash.

5. Kompleks birikmalar hosil bo'lishiga va cho'ktirishga asoslangan usullar.

5.1. Komplekssonometriya usulining mohiyati.

5.2. Kompleksonometriyaning qattiqligini aniqlash.

a) Tabiiy suvning umumiy qattiqligini aniqlash

b) Kaliyli o'g'itlar tarkibidagi qo'shimcha magniy miqdorini aniqlash.

5.3. Cho'ktirishga asoslangan usullar.

a) Argentometriya

b) rodanometriya

Namuna tarkibidagi xlor miqdorini rodanometrik usulda aniqlash.

6. Oksidlanish - qaytarilish reaksiyalarini analitik kimyoda qo'llanilishi.

6.1. Oksidlash potentsiallari haqida tushuncha.

2. Tortma analizning nazariy asoslari

- 2.1. Tortma analizning mohiyati.
- 2.2. Cho'kmalarga qo'yiladigan talablar
- 2.3. Cho'ktiruvchining miqdori
- 2.4. Tuz effekti.
- 2.5. To'la cho'kishga temperaturaning ta'siri.
- 2.6. Amorf va kristall cho'kmalar.
- 2.7. Tortma analizdagi xisoblashlar.
- 2.8. Tuproqdagi namlik miqdorini aniqlash.

3. Xajmiy analiz

- 3.1. Xajmiy analizning mohiyati.

Xajmiy analizda qo'llaniladigan reaksiyalarga qo'yiladigan talablar.

- 3.3. Xajmiy analiz usullari haqida tushuncha.
- 3.4. Standart ishchi eritmalarning konsentratsiyalari.
- 3.5. Titirlangan va standart eritmalar.
- 3.6. Titrimetrik analizdagi xisoblashlar.

4. Neytrallash usulining nazariy asoslari

elektroliz qilishga asoslangan. Bunda polyarografdan foydalaniladi. Bu usulni 1922 yilda chex olimi Ya.Geyrovskiy tomonidan taklif etilgan polyarografik usulining boshqa usullarga nisbatan ba'zi bir qulayliklari mavjud. Birinchidan, analiz tez bajariladi va sezgirlik darajasi ancha yuqori. Ikkinchidan analiz natijasi to'la ishonchli bo'ladi. Chunki analizda o'ta sezgir galvanometrda foydalaniladi. Uchinchidan, ayrim ionlarni boshqa ionlar ishtirokida aniqlash mumkin, ya'ni ionlarni bir-biridan ajratishdek murakkab va ko'p vaqt talab etuvchi jarayonlar bo'lmaydi. Texnikada tarkibida 0,001 % metall bo'lgan namunalar 1% ga yaqin aniqlik bilan topilishi mumkin.

Elektrogravimetriya usuli aniqlanayotgan elementni elektroliz yordamida elektrod yuzasida cho'ktirishga asoslangan. Bunda elektrod yuzasi tozalanadi va uning massasi o'lchanadi so'ng tekshirilayotgan eritmaga tushiriladi, elektroliz tugagandan so'ng elektrodning massasi yana aniqlanadi. Elektrod massalarining farqidan foydalanib, eritmadagi element (yoki modda) miqdori to'g'risida xulosa chiqariladi. Elektr toki bunda cho'ktiruvchi "Reaktiv" vazifasini o'taydi. Cho'kish elektrodlardan birida ro'y beradi.

1.8. Xromatografik analiz. Xromatografiya modda aralashmalarini ularni tashkil etuvchi komponentlarga ajratishning fizik-kimyoviy usuli bo'lib, u adsorbent (yutuvchi)larning turli moddalarni tanlab adsorblashiga asoslangan.

Adsorbtsiya usuli rus olimi M.S.Tsvet tomonidan 1903 yilda kashf etilgan. Xromatografik analiz usullaridan adsorbtsion, ion almashinish, taqsimlanish va cho'ktirish xromatografiyalari miqdoriy analiz o'tkazishda bir yoki bir necha moddaning eritmaning molekulararo kuchlar ta'sirida ayrim ionlarning tanlab adsorbtsiyalanishiga asoslangan. Adsorbentlar sifatida aktivlangan ko'mir, ishqoriy yer metallarining, shuningdek magniy, alyuminiy va shu singari metallarning oksidlari va gidroksidlari, silikagel kabilar

ishlatiladi.

Taqsimlash xromatografiyasi erigan moddaning o'zaro taqsimlanishi xodisasiga asoslangan qog'oz xromatogrammasi taqsimlanish xromatografiyasining bir turidir. Unda turli qo'shimchalardan tozalangan maxsus filtr qog'ozlaridan foydalaniladi. Xromatografiyani o'tkazish juda oson. Tekshirilayotgan eritma (masalan Fe^{3+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} kationlari aralashmasidan) pipetka yordamida bir tomchi olinadi va chetidan 1-2 sm qoldirib filtr qog'ozga tomiziladi. So'ngra filtr qog'oz yopik kameraga ilib qo'yiladi. Bunda qog'ozning tekshirilayotgan eritma tomizilgan tomoni erituvchiga botib turishi kerak, bunda erituvchi filtr qog'oz bo'ylab yuqoriga tarkibidagi komponentlar ham turlicha tezlikda xarakatlanadi. Ma'lum vaqt o'tgandan so'ng filtr qog'oz kameradan chiqarib olinadi, quritiladi va unga bir-biridan ajratiladigan ionlar bilan rangli birikma hosil qiluvchi reaktiv eritmasidan purkaladi. Masalan, Fe^{3+} ba Cu^{2+} kationlari kaliy geksatsianoferrat $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, Mn^{2+} ioni esa kumush nitrat AgNO_3 eritmaları bilan rangli dog'lar hosil qiladi. Shunday qilib, ionlar filtr qog'ozda rangli birikmalar xolida ma'lum tartibda joylashadi va bu xodisaga xromatogramma deyiladi.

Cho'ktirish xromatografiyasi. Ajratiladigan aralashma komponentlari bilan cho'ktirgichdan hosil bo'ladigan kiyin eriydigan birikmalarning eruvchanligi xar xilligiga asoslangan. Cho'ktirish xromatografiyasi o'tkaziladigan kolonka inert modda va cho'ktiruvchi reaktivdan iborat bo'ladi. Cho'ktiruvchi reaktiv tekshirilayotgan eritma tarkibidagi ionlar bilan cho'kmalar aralashmasini hosil qiladi va ular o'z eruvchanligiga ko'ra kolonka balandligi bo'ylab ma'lum ketma ketlikda joylashadi. Cho'ktirish xromatografiyasi asosan elektrolitlarni bir-biridan ajratishda qo'llaniladi.

Ion almashinish xromatografiyasi analiz qilinayotgan aralashma ionlarining adsorbentning xarakatchan ionlariga almashinish reaksiyalariga asoslangan. U miqdoriy analizda tekshiriladigan moddaning tarkibiy qismlarini aniqlash, qo'shimcha moddalarni ajratish va sof kimyoviy preparatlar olish

Suvning qattiqli Suvning tarkibida Mg^{2+} , Ca^{2+} , ionlarining bo'lishi suvning qattiqligiga olib keladi.
Sut kislotasi - $\text{CH}_3 - \text{CHOH} - \text{COOH}$ tarkibli organik modda.
“Qora erioxron T”, mureksid - Bunday indikatorlar metall indikatorlar deb atalib, ular oraganik bo'yoqlardir.
Barqaror - Mustaxkam modda.
Beqaror - Tez parchalanadigan, uchuvchan modda.
Adsorbent - O'z sirtiga boshqa modda zarrachalarini yutgan modda.

MUNDARIJA:

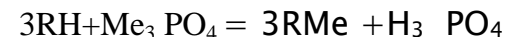
No	Ma'ro'za mavzusi
1	Miqdoriy analizning mohiyati va uning usullari.
	1.1. Miqdoriy analiz va uning vazifalari.
	1.2. Kimyoviy analiz usullari:
	1.3. Tortma analiz
	1.4. Xajmiy analiz
	1.5. Fizik-kimyoviy analiz.
	1.6. Optik analiz usuli.
	1.7. Elektrokimyoviy analiz usuli.
	1.8. Xromatografiya analiz usuli
	1.9. Fizikavyi analiz usullari.

Filtrlash - EK -	Moddalarni ajratish. Eruvchanlik kaynatmasi konsentratsiya – erituvchida erigan moddaning miqdori.
Kolloid -	Zarrachalar ulchami 1nm dan 100 nm gacha bo'lgan moddalar. Kolloid ya'ni "elim" degan ma'noni bildiradi.
Normal konsentratsiya	N yoki H harflari bilan belgilanib, 1 litr erituvchidagi soniga aytiladi.
Molyar konsentratsiya	M harfi bilan belgilanib, 1 litr erituvchidagi moddaning mollar soniga aytiladi.
Adsorbtsiya -	Suyuqlik yoki qattiq jism sirtida boshqa modda molekulari, atomlari yoki inolarning yig'ilishi.
Neytrallanish reaksiyasi -	Kislota va asoslar o'rtasidagi reaksiyasida tuz va suvning hosil bo'lishi.
Indikator -	Ko'rsatgich. (eritma muxitini aniqlash uchun qo'llanadigan modda).
Titr -	1 ml erituvchida erigan moddaning grammlar soni.
Bura -	Kislotalarning titrini aniqlashda boshlangich modda sifatida ishlatiladi. $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ formulaga ega
Oksalat kislota -	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ formula ega bo'lgan modda
Proton - PH -	Musbat zaryadlangan zarracha. Vodorod ionlari konsentratsiyasini teskari ishora bilan olingan unli logarifmi $\text{pH} = -\lg [\text{H}^+]$
Ishqor -	Birinchi gurux elementlari ya'ni (K, Na, Rb, Cs, Fs, Li) suv bilan reaksiyaga kirishib ishqorlarni hosil qiladi. $2\text{Me} + 2\text{HOH} = 2\text{MeOH} + \text{H}_2$

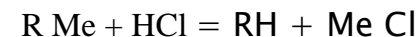
elektrolitlarni eritmadagi umumiy konsentratsiyasini aniqlash va boshqa maqsadlarda keng qo'llaniladi. Ion almashinish xromotografiyasida adsorbent sifatida yuqori molekulyar birikmalar – ionitlar ishlatiladi. Ular ion almashinish xususiyatiga ega bo'lgan qattiq moddalardir. Eritmalardan kationlarni yutadigan adsorbentlar kationitlar deyiladi. Eritmalardan anionlarni yutadigan adsorbentlar anionitlar deb yuritiladi. Anionitlar tarkibida xarakatchan gidroksil gruppalar mavjud.

Sifat analizi kursidan ma'lumki eritmada fosfat ioni PO_4^{3-} mavjud bo'lsa analizni o'tkazish, xususan, Al^{3+} va Fe^{3+} kationlarini aniqlash qiyinlashadi. Ion almashinishidan foydalanib PO_4^{3-} anionini ajratish boshqa analitik metodlarga nisbatan ancha qulay.

Tekshirilayotgan eritma N-formadagi kationit bilan to'ldirilgan byuretkaga yoki naycha orqali o'tkaziladi. Bunda kationlar smolada ushlanib qoladi. PO_4^{3-} va boshqa anionlar kationit bilan ushlanib qolmaydi.

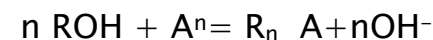


Fosfat ionlarini to'la yo'qotish uchun kolonka distirlangan suv bilan yuviladi. So'ngra to'plangan kationlar kolonkadan o'ndagi kationitni xlorid kislota bilan yuvib siqib chiqariladi. Bu protsess kationitni qayta tiklash yoki regeneratsiya deyiladi



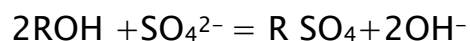
Regeneratsiya kationit qayta ishlatish uchun yaroqli. Hosil qilingan filtrat va kationlar aralashmasi sifatida tekshiriladi.

Aniotlarda :

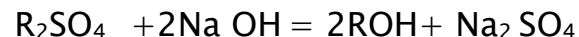


bu yerda R- anionit tarkibidagi erimaydigan organik radikal

Aⁿ – eritmada ishtirok etuvchi anion (PO_4^{3-} , SO_4^{2-} va boshqalar)



Anionitni regeneratsiya qilish, ya'ni uni ON- formaga o'tkazish uchun kolonkadan ishqor o'tkaziladi.



So'ngra anionidni ortiqcha miqdor ishqordan tozalash maqsadida neytral reaksiyagacha distillangan suv bilan yuviladi.

1.9. FIZIK ANALIZ USULLARI

Miqdoriy analizda fizik analiz usullaridan radiometrik va mass-spektrometrik analiz usullari ko'p qo'llaniladi.

Radiometrik analiz – tekshirilayotgan modda tarkibidagi radioaktiv elementdan chiqayotgan nurlanishni o'lchashga asoslangan. Unda aralashma tarkibidagi radiaktivlik xususiyatiga ega bo'lgan izotoplar miqdori aniqlanadi.

Miqdoriy analizda mass-spektrometriya usuli ham keng qo'llaniladi. Elementlarning izotoplaridan iborat aralashma tarkibini o'rganishda bu usuldan foydalanish mumkin.

Mass-spektrometriya usuli elektr yoki magnit maydoni ta'sirida hosil bo'lgan ionlangan atom va molekula yoki radikal oqimlarning massasini aniqlashga asoslangan

Nazorat savollari:

1. Miqdoriy analizning mohiyati nimadan iborat?
2. Miqdoriy analiz uz oldiga kandy maksadlar kuyadi?
3. Miqdoriy analizning fizik kimyoviy va fizikaviy usullari haqida nimalar bilasiz?
4. Optik analizi usuli asosida nimalar yotadi?:
5. Elektr kimyoviy analiz usullarining mohiyati nimadan iborat?

O'qituvchi Toshkent 1979 y

6. I.K. Tsittovich Kurs analiticheskoy ximii
V.SH. 1977 g.

7. A.P.Kreshkov "OsnovI analiticheskoy ximii"
Izd.Moskva 1970 g.

Tayanch iboralarning lugaviy ma'nosi.

Tarkib -	Moddanning qanday element atomidan tuzilganligi, ya'ni sifat tarkibi.
Xromotografikanaliz-Element -	Adsorbent (yutuvchi)larning turli moddalarni tanlab adsorblashga asoslangan analiz. Yadro zaryadlari bir xil bo'lgan atomlarning muayyan turi.
Eritma -	Ikki yoki undan ortiq tarkibiy kismdan iborat bir jinsli sistema.
Kotishma -	Metallar bilan metallar, yoxud metallar bilan metalmaslar eritmalarining bir –biri bilan aralashib, hosil bo'ladigan modda.
Uglevod -	Umumiy formasi $\text{C}_n(\text{H}_2\text{O})_m$ ega bo'lgan moddalar.
Tuz effekti -	Ayrim qiyin eriydigan tuzlarni kuchli elektrolitlarga tegib turganda eruvchanligining ortishi.
Analiz -	Moddanning fizik-kimyoviy xususiyatlarini o'rganish.
Sintez -	Kimyoviy reaksiyalar urdamida yangi modda olish.
Tigel -	Moddalarni yuqori temperaturaga qizdirish uchun muljallangan idish.
Eruvchanlik -	Moddalarni u yoki bu erituvchida erish xususiyati.

qo'shiladi. Tekshirilayotgan eritmalarga shisha elektrod har gal tushirilayotganda u distillangan suv bilan yuvilishi kerak. elektrodda qolgan namlik esa quruq filtr qog'oz bilan artib turiladi.

SHisha elektrod ochiq koldirilganda ko'rib qolishi mumkin, natijada natijalarning aniqligi yo'qoladi. Shuning uchun ishlatilgan shisha elektrod o'lchash tugallanishi bilanoq distillangan suvga tushirib qo'yiladi.

Nazorat savollari.

1. Xromotografik analiz qanday maksadlarda qo'llaniladi?
2. Kationit va anionitlarni ishlatishga tayyorlashda qanday ishlar amalga oshiriladi?
3. Ion almashinish xromotografiyasining qo'llanilishini mohiyati.
4. Selitra tarkibidagi nitratlar miqdorini aniqlash to'g'risida o'z fikrlaringizni bildiring?
5. Eritmalarning pH qiymatini potentsiometrik usulda aniqlash to'g'risida o'z muloxazalaringizni bildiring.
6. Indikator va solishtirish elektrodi qanday tuzilgan?
7. Kislotalarga misollar keltiring?
8. SHishani formulasi qanday bo'ladi?
9. Eritma deb nimaga aytiladi?
10. Quyidagi tuzlarni ionlarga ajrating?

FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR

1. SH.N.Nazarov , Z.A.Aminov "Analitik ximiya"
T.O'qituvchi 1984y.
2. F.M.SHemyakin, A.N.Karpov, A.N.Brusementsov
"Analiticheskoy ximii" V.SH. 1973g
3. Yu.S.Zenchik "Fiziko-ximicheskie metod analiza"
izd. "Ximiya" Moskva 1964god
4. V.N. Alekseev "Miqdoriy analiz"
Toshkent "O'qituvchi" 1976 y.
5. X.R.Raximov "Fizik va kolloid ximiya"

6. Xromatografiya haqida nimalar bilasiz?
7. Miqdoriy analizning qishloq xo'jaligidagi ahamiyati?
8. Regeneratsiya jarayonini tushuntiring?
9. Kation va anion qanday bo'ladi?
10. $Al_2(SO_4)_2$ anionlarga ajrating.

2-ma'ruza. TORTMA ANALIZNING NAZARIY ASOSLARI

RYEJA:

- 2.1. Tortma analizning mohiyati.
- 2.3. 2.2. Cho'kmalarga qo'yiladigan talablar.
- 2.4. Cho'ktiruvchining miqdori.
- 2.5. Tuz effekti.
- 2.6. To'la cho'kishga temperaturaning ta'siri.
- 2.7. Amorf va kristall cho'kmalar.
- 2.8. Tortma analizdagi hisoblashlar.
- 2.9. Tuproqdagi namlik miqdorini aniqlash.

Adabiyotlar. 1,2,4,5.

Tayanch iboralar.

Tuz effekti, analiz, sintez, byuks, tigel, eruvchanlik, filtrlash, EK, kontsentratsiya, kolloid, amorf, kristall

2.1. Tortma analizning mohiyati.

Tortma analizda tekshirilayotgan moddadagi aniqlanayotgan element (ion) ning miqdorini, odatda bu elementni biror kiyin eriydigan birikma tarzida cho'ktirilganda hosil bo'lgan cho'kmaning og'irligiga qarab topiladi. Tortma analizda cho'ktirish usulidan tashqari boshqa usullar ham ishlatiladi.

Tortma analiz modda tarkibidagi elementlar miqdorini aniqlashda keng qo'llaniladi. Bu usul yordamida fosforitlar, apatitlar, fosforli o'g'itlar to'proq va ozuqalar tarkibidagi fosforni aniqlash mumkin PO_4^{3-} ioni $NH_4Mg PO_4$ tuzi xolida

cho'ktiriladi, u qattiq qizdirilganda $Mg_2P_2O_7$ (magniy pirofosfat) ga aylanadi. Ohakdosh dolomit va silikatlar tarkibidagi kaltsiy miqdorini ham aniqlash mumkin. Bunda Mg^{2+} ioni NH_4MgPO_4 xolida, Ca^{2+} ioni esa CaC_2O_4 xolida cho'ktiriladi. CaC_2O_4 qattiq qizdirilganda CaO hosil bo'ladi.

Miqdoriy analiz o'tkazilayotganda quyidagi ketma-ketlikka amal qilinadi.

1. O'rtacha namuna olish va analizga tayyorlash.
2. Namunani o'lchab olish.
3. Eritish.
4. Aniqlanadigan elementni to'liq cho'ktirish.
5. Filtrlash yo'li bilan xosil bo'lgan cho'kmani ajratish.
6. Cho'kmani yuvish.
7. Cho'kmani kuritish va qattiq kizdirish.
8. Tortish.
9. Analiz natijalarini xisoblash.

2.2. Cho'kmalarga kuyiladigan talablar.

Elementning biror kiyin eriydigan birikmasi bir kator talablarni kanotlantirgandagina undan tortma analizning cho'ktirish usulidan foydalanish mumkin. Yan a shunga e'tibor berish kerakki, analiz vaktida olingan cho'kmalarni odatda kizdirishga tugri keladi. Kizdirish paytida kupgina cho'kmalar kimyoviy uzgarishlarga uchraydi. Natijada kupincha cho'ktirilgan birikmani emas balki, kandaydir boshqa birikmani tarozida tortiladi.

SHu sababli ogirlik analizida cho'ktiriladigan forma va tortiladigan forma bo'ladi. Tegishli reaktiv ta'sirida eritmadan cho'ktirilgan birikma cho'ktiriladigan forma deyiladi. Analizning oxirgi natijasini olish uchun tarozida tortiladigan birikma esa tortiladigan forma deyiladi. Masalan Fe^{3+} va Al^{3+} ni aniqlashda analiz kilinayotgan eritmaga NH_4OH ta'sir ettirilganda xosil bo'ladigan $Fe(OH)_3$ va $Al(OH)_3$ gidroksidlar cho'ktiriladigan forma bo'ladi. Ularni kizdirilganda xosil bo'ladigan suvsiz oksidlar Al_2O_3 va Fe_2O_3 esa tortiladigan

Fizik-kimyoviy analiz usullarining muxim turlaridan biri elektrokimyoviy analiz usullari ekanligi sizga ma'lum. Potentsiometrik, konduktometrik, amperometrik va kulonometrik titrlash usullarining imkoniyatlari., afzalliklari va qo'llanish soxalari juda kengdir.

Eritmalarning pH qiymatini o'lchashda elektrometerik usul keng qo'llaniladi. Bu usuldan agrokimyoviy, laboratoriyalarda ayniksa keng qo'llaniladi.

Eritmalarning PH qiymatini potentsiometrik usulda aniqlash.

Kislotali muxit potentsiometrik usulda aniqlanishi zarur bo'lgan eritmaga tushirilgan elektrodning potentsialini o'lchash yo'li bilan eritmadagi vodorod ionlarini konsentratsiyasi aniqlanadi. Bu ulchamni amalga oshirish uchun ikki elektroddan iborat sistema tuziladi va uning elektrod potetsiallari yig'indisi o'lchanadi.

Elektrodlardan biri indikator elektrod (shisha yoki platina) eritmadagi ionlarni o'ta sezuvchan bo'lib undan hosil bo'lgan potentsialning qiymati tekshirilayotgan eritmadagi ionning konsentratsiyasiga bog'liq.

Ikkinchi elektrod solishtirish elektrodi (kalomel yoki kumush xloridli elektrod) deb ataladi uning potentsiali o'zgarmas bo'lib, eritmadagi ionlarni sezmaydi. Shisha elektrod yupka shishadan yasalgan bo'lib, uning devorlari orqali ionlar bemalol harakatlana oladi. Bu elektrod kislotali muxit eritmasiga botirilganda shisha elektrod ichidagi litiy ionlari tekshirilayotgan eritmaga, vodorod ionlari esa aksincha tekshirilayotgan eritmadan shisha elektrod ichiga elektrodning yupka devori orqali o'tadi. Shunday qilib, shisha elektrod sirtida potentsial vujudga keladi. U potentsialning qiymati eritmadagi vodorod ionlarining konsentratsiyasi bilan aniqlanadi.

SHisha elektrod ichidagi va tekshirilayotgan eritmadagi ionlar har-xil bo'ladi, shu tufayli ba'zan elektrodda hosil bo'ladigan potentsialning qiymati o'zgarib qoladi. Bunday xatolikka yo'l qo'ymaslik uchun maxsus tayyorlangan bufer eritmalar

kolonka orqali o'tkaziladi. Natijada tuz tarkibidagi kation kolonkada ushlanib qoladi va uning o'rnida vodorod ionlari filtratga o'tadi. Kolonadagi ionit distillangan suv bilan yuvilib filtratga qo'shiladi. Kislotali muxitga ega bo'lgan filtratni ishqor eritmasi bilan titrlab eritmadagi tuz konsentratsiyasini aniqlash mumkin.

SHunday ionlar borki, ularni turli usullar bilan aniqlash bir qator qiyinchiliklar tug'diradi, bu anionlarni aniqlash maksadida ionitlardan foydalaniladi. Ion almashinish selitralar tarkibidagi nitratlar miqdorini aniqlash mumkin. Selitra eritmasi H⁻ kationit bilan to'ldirilgan kolonka orqali o'tkazilganda nitrat ionlari bilan bog'langan metall ionlari ekvivalent miqdoridagi H⁺ ionlariga almashinadi.

H-kationit – KNO₃ K- kationit + HNO₃ yoki H-kationit K⁺, K-kationit +H⁺.

Filtratga o'tgan nitrat kislotasi miqdori selitra tarkibidagi KNO₃ bilan ekvivalent miqdorda bo'ladi.

SHuning uchun HNO₃ eritmasini ishqor eritmasi bilan titrlab undagi HNO₃ miqdorini aniqlash mumkin. Shundan so'ng xisoblashlar yo'li bilan selitra tarkibidagi u yoki bu metallning neytrati miqdorini aniqlash mumkin.

100 ml selitra eritmasi tarkibidagi KNO₃ ning mg larda ifodalangan miqdori quyidagi formula orqali topiladi

$$m_{KNO_3} = N \cdot \Xi \cdot V$$

bu yerda N- uyuvchi natriy eritmasining normalligi.

V- tarkibida HNO₃ bo'lgan filtratni titrlash uchun sarflangan NaOH eritmasini xajmi

Ξ- KNO₃ ning milli ekvivalent massasi

5-100 ml tayyorlangan eritma xajmiga o'tish uchun qayta xisoblash koeffitsienti Kolonkadagi kationit bir marta ishlatilganidan keyin uni qayta tiklash, ya'ni regeneratsiya qilish kerak.

9.4. Elektrometrik analiz va uning qo'llanilishi.

forma bo'ladi.

Masalan:



Ca²⁺ ni aniqlashda kaltsiy oksalat CaC₂O₄•H₂O cho'ktiriladigan forma bo'lib, uni kizdirgan vaktida xosil bo'ladigan kaltsiy oksid-CaO tortiladigan forma bo'ladi.



Cho'ktiriladigan formaga kuyiladigan talablar.

1. Cho'ktiriladigan forma nixoyatda kam eriydigan bo'lishi kerak, aks xolda aniqlanayotgan ion (elementni) amalda To'la cho'ktirish mumkin emas.

2. Cho'kmaning strukturasi mumkin kadar tezlik bilan filtrlashga va begona qo'shimchalardan tozalab yuvishga imkon bersa maksadga muvofik bo'ladi. Yirik kristall xoldagi cho'kmalar ishlash uchun kulaydir, chunki ular filtrning teshikchalarini deyarli tusib kolmaydi va yuzasi uncha katta bo'lmaganligi uchun eritmadagi boshqa moddalarni kam adsorbilaydi va moddalarni osonlik bilan yuvib tashlab cho'kmani tozalash mumkin.

3. Cho'ktiriladigan forma tortiladigan formaga yetarli darajada oson va To'la utishi zarur.

Tortiladigan formaga kuyiladigan talablar

1. Tortiladigan formaga kuyiladigan talablarning eng muximi shuki uning tarkibi kimyoviy formulasiga mos kelishi lozim. Ravshanki, bunday muvofiklik bo'lmaganda tortiladigan cho'kma ma'lum bir formulaga mos keluvchi

Kimyoviy individual modda bo'lmasdan, qandaydir aralashmadan iborat bo'lsa, u vaktida analiz natijalarini xisoblash mumkin bo'lmas edi.

Gidrooksid Fe(OH)₃ formulasiga mos kelmaydi. Fe(OH)₃ cho'kmasining tarkibida miqdori aniq bo'lmay, balki cho'ktirish sharoitiga karab uzgarib turuvchi suv bo'ladi.

maksadga muvofiq emas.

9.2. Ion almashinish xromotografiyasining qo'llanilishi. Suyultirilgan eritmalarni ionlar yordamida kontsentrlash.

Tabiiy suv, tuproqdan olingan surmlar, o'simlik materiallaridan olingan surimlarda ayrim ionlarni kontsentratsiyasi shu qadar kichik bo'ladiki, ularni ximiyaviy usul bilan bevosita aniqlash juda qiyin. Ko'pincha bunday qiyinchilikdan qutilish uchun katta xajmdagi eritma bug'latiladi. Bu protsess ko'p aktini oladi, protsessda bir qancha qo'shimcha operatsiyalar (organik moddalarni kuydirish, xalal beruvchi ionlarni yo'qotish va xokazolar) borligi tufayli analiz murakkablashadi.

Agar aniqlanadigan ionning kontsentratsiyasini oshirish uchun ionitlardan foydalanilsa natijaga tez va oson erishiladi.

Aniqlanadigan ionning kontsentrlangan eritmasini olish uchun ionit orqali oldin juda kichik kontsentratsiyali eritma o'tkaziladi, shundan so'ng ionitga yutilgan ionlar minimal xajmdagi kislota yoki ishqor eritmasi bilan yuvib stakanga tushiriladi. Kislota yoki ishqor bilan ionitlar yuvilganda ular yana o'zining avvalgi (ishlatish uchun tayyor xolatiga o'tadi).

Ion almashinish xromotografiyasining qo'llanilishi.

Tabiiy suv tuproqdan olingan surimlar, o'simlik materiallardan olingan surimlarda ayrim ionlarni kontsentratsiyasi shu qadar kichik bo'ladiki, ularni kimyoviy usullar bilan aniqlash juda qiyin. Ko'pincha bunday qiyinchilikdan qutilish uchun katta xajmdagi eritma bug'latiladi.

Bu protsess ko'p vaqtni oladi, protsessdabir qancha murakkab operatsiyalar borligi tufayli analiz murakkablashadi. Agar aniqlanayotgan ionning kontsentratsiyasini oshirish uchun ionitlardan foydalanilsa natijaga tez va oson erishiladi.

Aniqlanayotgan ionning kontsentrlangan eritmasini olish uchun ionit orqali oldin juda kichik kontsentratsiyali eritma

ionini NaCl emas balki HCl ta'sirida cho'ktiriladi.

Cho'ktiruvchining miqdori.

Biror qiyin eriydigan elektrolit eritmasi uning ionlari kontsentratsiyalarining kupaytmasi berilgan temperaturada o'zgarmas bo'lgan va eruvchanlik kupaytmasi (EK) deb ataladigan qiymatga teng bo'lgandagina tuyingan bo'lishi mumkin. Kurgoshin sulfatning 25o da tuyingan eritmasi uchun

$$[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] = \text{EK}_{\text{PbSO}_4} = 2,2 \cdot 10^{-8} \text{ deb yozish mumkin.}$$

Agar $[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] < 2,2 \cdot 10^{-8}$ bo'lsa, u xolda eritma tuyinmagan bo'ladi va ayni temperaturada bu eritmada yana oz miqdordagi kurgoshin sulfatni eritish mumkin. Agar ionlar kontsentratsiyasining kupaytmasi eruvchanlik kupaytmasi qiymatidan oshib ketgan, ya'ni

$$[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] > 2,2 \cdot 10^{-8}$$

(25o da) bo'lsa u xolda eritma uta tuyingan bo'lib, PbSO_4 ning biror miqdori ajralib cho'kmaga tushishi kerak. Suvda absolyut erimaydigan moddalar yo'qligi uchun (EK) ning qiymati xech kachon nolga teng bo'lmaydi. Bundan kelib chikadiki, nazariy jixatdan xech bir cho'kish mutlok To'la bo'lmaydi. Cho'ktirilayotgan ionlarning, cho'kmaning EK qiymatiga tugri keladigan qismi doimo eritmada koladi. Lekin sifat analizidagi kabi, bizni cho'kishning nazariy jixatdan emas. Balki amaliy jixatdan To'la bo'lishi kiziktiradi. Biz sifat analizida cho'ktirilayotgan biror ionning eritmada kolgan miqdori juda kam bo'lib. keyingi ishlarga xalakit bermasa, cho'kish amalda To'la bo'ldi deb ayta olar edik. SHunga o'xshash, tortma analizda cho'ktirilayotgan birikmaning eritmada kolgan miqdori tortish aniqligidan kam bo'lsa, ya'ni 0,0002 g dan oshmasa, cho'kish amalda To'la bo'ldi deb xisoblanadi. Ravshanki. Biror ionning amalda To'la cho'kishi uchun cho'ktiruvchini yetarli miqdorda olish kerak.

Tortma analiz usullari bilan aniqlanayotgan ionning

amalda To'la cho'kishini ta'minlash uchun, odatda cho'ktiruvchini ortikcha miqdorda qo'shish zarur. Ammo uni juda ortikcha qo'shish zararlidir, chunki bu vaqtda cho'kmaning eruvchanligi fakat kamayibgina kolmay, balki aksincha, kompleks birikma va nordon to'zlarning xosil bo'lishi yoki cho'kmani amfoterligi natijasida ortib ketishi mumkin. Cho'ktiruvchini kup qo'shishning yana bir zararli tomoni bor. Eritmada ishtirok etuvchi xar xil kuchli elektrolitlar, odatda o'zi tegib turgan cho'kmalarni eruvchanligini oshirib yuboradi. Masalan I.V. Tananaev va I.B. Mizetskayaning tekshirishlariga kura, KNO_3 , NaNO_3 va shunga o'xshash to'zlar ishtirokida PbSO_4 ning eruvchanligi ortadi, bundan tashqari shunga o'xshash tuzlarning eritmadagi umumiy kontsentratsiyasi kanchalik yuqori bo'lsa PbSO_4 ning eruvchanligi shunchalik ko'p ortadi. Ana shu xodisa to'z effekti deb yuritiladi. Sifat analizi kursidan ma'lumki, eruvchanlik ko'paytmasining, fakat yuzaki karagandagina tuyingan eritmadagi ionlar kontsentratsiyalarining ko'paytmasi deb uylash mumkin. Haqiqatda esa tuyingan eritmadagi bu ionlar ko'paytmasi emas, balki ular aktivliklarini ko'paytmasi doimiydir.

Ionning aktivligi (a) deganda, uning shunday effektiv, tajribada aniqlanadigan kontsentratsiyasini tushunmok kerakki, u kimyoviy, reaksiyalarda ana shu kontsetratsiyalarga muvofik ta'sir Ko'rsatadi. Masalan kuchli elektrolit bo'lgan va xozirgi zamondagi nazariyalarga kura suvli eritmalarida To'la dissotsilanadi deb karaladigan HCl ning 0,1 M eritmasida N^+ va Cl^- ionlarini haqiqiy kontsentratsiyalari 0,1 g -ion / l ga teng . Lekin bu ionlar xar xil kimyoviy reaksiyalarda xuddi ularning kontsentratsiyalari 0,0814 g- ion / l ga teng bo'lgandagidek ta'sir etadi. Aktivlikni (a) belgilab, quyidagicha yozish mumkin.

Ba'zan maxsus maksadlar uchun ionitli kalonka kislotalar atseton, etanol, vodorod peroksidning yoki boshqa reaktivning kaynok eritmasi bilan yuviladi. Bundan maksad ionitni ishonchli darajada tozalashdir, chunki ozi-ovkat sanotida yoki meditsinada shunday tozalikdagi ionitlar ishlatiladi.

Anionitlarni ishlatishga tayyorlash.

Anionitlarni tayyorlash protsessi ham uni aktiv xolatga o'tkazish, qo'shimchalardan tozalash va ma'lum formadagi anionitni olish kabi vazifalarni o'z ichiga oladi.

Avval anionitdan kerakli fraksiyadagi (ma'lum diametrli) donachalar ajratib olinadi, so'ngra kationitni kislota va ishqor eritmaları bilan yuvish tartibi bir oz boshqacharak. Anionit oldin stakanda yoki byuretkada xlorid kislotaning 2n eritmasi bilan yuviladi. (anionit ustidagi kislota eritmasi rangsiz bo'lganda va unga ammoniy rodanid qo'shilganda Fe^{3+} ioniga xos rang hosil bo'lmasligi kerak.

Yuqori asosli anionit (maslan, AV-17 yoki AV-16) juda ko'p marta distillangan suv bilan yuvilgandan so'ng uyuvchi natriyning 1 n eritmasi bilan statik yoki dinamik sharoitlarda xlorid ionlaridan toza bo'lguncha yuviladi.

Oxirida anionitdagi ortiqcha ishqorni yuvib tashlash uchun u kaynatilib (karbonat angidrid yo'qotilgan) sovitilgan, distillangan suv bilan yuviladi. Anionit yuvilgan suvga fenolfitalein tomizilganda pushtir rang hosil bo'lmas yuvish to'xtatiladi.

Past asosli anionitlar (AN-2F, AN-1 va boshqalar uyuvchi natriy o'rnida natriy barbonatning 1n. eritmsi bilan yuviladi.

Yuqorida bayon etilgan tartibda anionit (anionit-OH) носил бо'лади. Агар эхтиёж тугилса, анионит-ОН ни хлоридлар ёки сульфатлар эритмалари билан қайта ишлаб анионит - Cl (yoki - SO_4) formadagi anionit hosil qilish mumkin.

Ionitlarni analiz uchun tayyorlash ko'p vaqtini oladi. Shuning uchun bu ishni laboratoriya mashgulotlarida bajarish

bo'lguncha davom ettiriladi. (Fe^{3+} ning bor yo'qligini bilish uchun NH_4SCN yoki KSCN dan foydalaniladi).

So'ngra kationit xlorid ionlari batamom yo'q bo'lguncha suv bilan yuviladi (kumush nitrat eritmasi tushirilganda ok cho'kma hosil bo'lmasligi kerak). Stakandagi nam kationit shishadan yasalgan tikinli idishda saqlanadi va undan statik sharoitda kationlarni yutilishi bilan bajariladigan analizlarda foydalanish mumkin.

Dinamik sharoitda ishlatiladigan kationitlar bir oz boshqacharoq tayyorlanadi, ularni tayyorlash ion almashtirish kalonkalarida bajariladi. Kationitni bu usul bilan analizga tayyorlashda buktirilgan va ishqor eritmasi bilan qayta ishlangan kationit xromatografik kalonkaga o'tkaziladi. Xromatografik kalonka sifatida jumrakli byuretkadan foydalanish ham mumkin, uning pastki qismiga shisha paxtadan tampon qo'yiladi va ustidan kationit joylashtiriladi. Kationitni joylashtirish uchun byuretkaning $\frac{3}{4}$ qismi disstillangan suv bilan tuldiladi va uning ustidan kationit donalari 8-10 sm li qavat hosil bo'lguncha tashlab turiladi. Disstillangan suvning ortiqcha jumrakni ochib to'qib yuboriladi, kationit qavati ustida 1-2 mm qalinlikdagi suv katlami kolsa yetarli. Shundan keyin kalonka orqali xlorid kislotaning 2 n eritmasi o'tkaziladi. Kalonkadan chikayotgan HCl eritmasi tarkibida Fe^{3+} ionlari yo'qligiga ishonch hosil qilingandan so'ng kislota bilan yuvish tugallanadi (bu yerda ham ammoniy rodanid bilan o'tkaziladigan reaksiyadan foydalaniladi). Endi kationitni ortiqcha kislota va xlorid ionlridan tozlash kerak. Buning uchun kalonkadan chikayotgan suv metiloranj va kumush nitrat yordamida tekshirib turiladi. Shu ishlardan so'ng kationit kationlarni yigish yoki ajratish uchun tayyor xisoblanadi.

Bayon etilgan usullardan vodorod formadagi kationitlar hosil qilinadi. Agar extiyoj bo'lsa vodorod o'rnida biror kation formadagi kationit hosil qilish mumkin. Masalan N^+ – kationitni ammoniylik natriyli yoki kaltsiyli tuzlar bilan qayta ishlab NH_4^+ li Na^+ li yoki Ca^{2+} li formadagi kationitlar hosil qilish mumkin.

$$a_{\text{H}^+} = a_{\text{Cl}^-} = 0,0814 \text{ г-ион/л.}$$

ktivlik (a) ning ionning haqiqiy konsentratsiyasi (s) ga nisbati aktivlik koeffitsienti deb ataladi va f_a bilan belgilanadi

$$f_{\text{H}^+} = f_{\text{Cl}^-} = \frac{0,0814}{0,1} = 0,814$$

$$\text{umumiy xolda } f_a = \frac{a}{c}$$

bu tenglamadan ko'rindiki

$$a = f_a \cdot c \dots$$

Demak, ionning aktivligi uning konsentratsiyasini tegishli aktivlik koeffitsenti ko'paytmasiga teng

2.5. To'la cho'kish temperaturaning ta'siri

Sifat analizida ko'pincha shunday xollar uchrab taradiki, sovuqda olingan cho'kma (masalan $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$) isitilganda qaytadan erib ketadi.

Bunday xollarda temperatura cho'kmaning To'la cho'kishiga kuchli ta'sir ko'rsatadi. Temperatura kutarilganda cho'kmaning xammasi erib ketmagan vaqtda xam uning cho'kmaning eruvchanligiga bo'lgan ta'sirini xisobga olishga tugri keladi. Masalan 1000 da eruvchanligi 100 dagi eruvchanligiga karaganda kariyib 25 marta ko'p. Ko'pchilik boshqa cho'kmalarning eruvchanligi temperaturaning ortishi bilan unchalik ko'p bo'lmasa xam xar xolda ortadi.

Eruvchanlikning temperaturaga karab o'zgarishi erishning issiklik effekti bilan boglangan. Ko'pchilik tuzlarning erishi. Eritmaning sovushi bilan, ya'ni issiklik

yutishi bilan boradi. Bunday tuzlarning eruvchanligi Le- SHatele printsiyaga asosan temperatura ko'tarilishi bilan oshishi kerak. Agar aksincha, erish vaqtida issiklik chiksa, bunday tuzlarning eruvchanligi temperatura ko'tarilganda kamayadi. Cho'ktirishni kizdirish yuli bilan olib borish kulaydir. Chunki bu cho'kma kristallarining yiriklashishiga yoki uning kolloid zarrachalarining (amorf cho'kmalar bo'lsa) koagulyatsiyaga uchrashiga yordam beradi. Lekin temperatura ko'tarilganda eruvchanligi sezilarli darajada ortadigan cho'kmalar bilan ishlaganda, doimo, eritma batamom sovugandagina cho'kmani filtrlab olishga kirishish lozim. Masalan $MgNH_4PO_4$, $PbSO_4$, CaC_2O_4 va xokazo cho'kmalarni eritmadan ajratishda shunday qilinadi. Aksincha cho'kmaning eruvchanligi kam bo'lsa, va temperaturaning o'zgarishi bilan kam o'zgarsa eritmani kaynok paytida filtrlash kulaydir, chunki issik -Suyuqliklar sovuq Suyuqliklarga karaganda tezrok filtrlanadi. Ko'pchilik xollarida cho'ktiruvchini ortikcha miqdorda qo'shish bilan cho'kmaning eruvchanligini ancha kamaytirish mumkin. Ammo shuni unitmaslik kerakki, cho'kmani yuvish vaqtida cho'ktiruvchining ortikcha miqdori yuvilib ketadi va bu operatsiyaning oxirida eruvchanlik yana ortadi. Bu xol, agar cho'kma issik suv bilan yuviladigan bo'lsa, uning sezilarli darajada yukolishiga olib kelishi mumkin.

2.6. Amorf va kristall cho'kmalar

Cho'ktirilayotgan birikmalarning o'ziga xos xususiyatlariga karab va birinchi navbatda ularning eruvchanligiga karab xamda cho'ktirish sharoitiga karab, boshlangich zarrachalarning yiriklashish protsessi ikki xil yul bilan borishi mumkin. Shunga muvofik ravishda yoki kristall yoki amorf cho'kmalar xosil bo'ladi. Kristall cho'kmalarning xosil bo'lishida qo'shilayotgan cho'ktiruvchining xar bir qismi darxol boshlangich kristallarni xosil kilmaydi va cho'ktirilayotgan modda ma'lum vaqt o'ta to'yingan eritmada qoladi. Cho'ktiruvchini sekin asta qo'shib borilganda

Analiz statik sharoitda olib borilsa, ya'ni biror idishdagi eritmaga ionit solinib, eritmadagi ionlar bilan ionit orasidagi muvozanat vujudga keladigan sharoitda o'tkazilsa, ionit ham xuddi shunday usul bilan analizga tayyorlanadi.

Dinamik usullar bilan olib boriladigan (ya'ni) ionit biror kolonkaga joylashtirilib, u orqali eritma o'tkaziladigan bo'lsa) analizlar uchun qo'llaniladigan ionitlar dinamik sharoitda ishlash uchun tayyorlanadi.

Kationitlarni ishlatishga tayyorlash.

Ku-1, Ku-2 yoki Ku-23 markali kationitlar elaklar yordamida donalarining diametriga kura bir necha fraktsiyalarga ajratiladi va ulardan dametri 0.5 -1 mm bo'lganlari tanlab olinadi (ionitlarni xovonchada tuyib, uning donalarining ulchamini kichraytirish mumkin emas). Tanlab olingan kationit stankanga solinadi va uning ustiga natriy xloridning to'yingan eritmasi (kationit egallagan xajmga nisbatan 5 marta ko'p xajmda) qo'yiladi hamda kationit bu kishi uchun bir sutka koldiriladi. Shundan so'ng kationit ustiga esa uyuvchi natriyning 1-n eritmasi kuyib, aralashma 2-3 soat koldiriladi (uni vaqti-vaqti bilan aralashtirilib turish kerak). Kationit ustidagi qo'ng'ir tusga kirgan eritma boshqa idishga kuyib olinadi va o'rniga yangi portsiya ishqor eritmasi qo'yiladi. Bu ish kationit ustiga qo'yilayotgan ishqor eritmasi avval qo'ng'ir, so'ngra sarik rangga kirguncha davom ettiriladi. Shunday qilib, kationit tarkibidagi kichik molekulyar organik birikmalardan iborat bo'lgan qo'shimcha yo'qotiladi.

SHundan so'ng kationit juda ko'p miqdordagi suv bilan yuviladi. Uning ustiga o'z xajmidan 5 marta ko'p xajmdagi 2n kontsentratsiyali xlorid kislotasi eritmasi kuyib aralashma 2-3 soat koldiriladi. Bunda kationit tarkibidagi mineral aralshamalar kislotasi eritmasiga o'tadi. Kationit ustidagi HCl eritmasi boshqa idishga kuyib olinadi va uning o'rniga kislotasi eritmasining yangi portsiyasi qo'yiladi. Bu ish kationit ustidagi HCl eritmasida Fe^{3+} ionlarining batamom yo'qligiga ishonch hosil

Tayanch iboralar.

Kimyoviy muvozanat, bromli suv, binzedin, nikrin kislota, faurgota reaktivi.

1.1 Xromatografik analiz usulida qo'llaniladigan ionitlar.

Xromatografik analiz asosan ikki maksad uchun qo'llaniladi:

1. Aralashma xolidagi ionlarni bir-biridan ajratish;

2. Suyultirilgan eritmalaridagi ionlarni yigib

konsentratsiyasi yuqori bo'lgan eritma hosil qilish.

Bu ikki tadbirni bajarish uchun ionitlar (kationit va anionitlar) dan foydalaniladi. Laboratoriya sharoitida kuchli kislotali kationitlardan Ku-1, Ku-2, Ku-23 va shular kabilar juda ko'p ishlatiladi. Ularning almashtirish sigimi (1g ionitga yutiladigan ionning milli-ekvivalent massasi bilan o'lchanadi). Ancha yuqori bo'lib urtacha 4-5 milli-ekvi/g ga teng. Kationitlar o'zlari yuvilayotgan eritma tarkibidagi kationlarni yutadi va ularning o'rniga H^+ ionlarini eritmaga chiqaradi, Ammo usha eritma tarkibidagi anionlarni va dissotsilanmaydigan molekulalarni mutlaqo yutmaydi. Shuning uchun kationlarni anionlardan va organik birikmalardan ajratish kationlar yordamida osongina amalga oshiriladi.

Anionitlar kationitlarning aksicha; eritmadan faqat anionlarni yutadi, ammo kationlarni va organik birikmalarni mutlaqo yutmaydi. Anionitlar o'zlarini yuta olish sigimiga kura yuqori asosli (masalan AV-17, AV-16), urta asosli (EOE-10 P) va past asosli (AN-2F, AN-1) bo'ladi.

Analiz uchun ionitlarni to'g'ridan-to'g'ri ishlatib bo'lmaydi. Ular keyingi qo'llanilishini xisobga olingan xolda statik va dinamik sharoitlarda ishlatish uchun tayyorlanadi.

cho'ktirilayotgan modda asosan o'ta to'yingan eritmadan avval xosil bo'lgan boshlangich kristallar yuzasida ajralib, bu kristallar sekin asta kattalasha boradi va nixoyat boshlangich kristallarga nisbatan yiroqroq kristallardan iborat kristall cho'kma xosil bo'ladi.

Amorf cho'kmalarni xosil bo'lishi boshqacha boradi. Bu vaqtda cho'ktiruvchining xar bir qismini qo'shish, Suyuqlik ichida juda ko'p miqdorda mayda boshlangich kristallarning xosil bo'lishiga sabab bo'ladi, bu mayda zarrachalar ularning sirtiga keyingi xosil bo'lgan mayda kristallar utirishi natijasida kattalashadi va og'irlik kuchi ta'sirida idish tubiga cho'kadi. Boshqacha aytganda, bu xolda dastlab xosil bo'lgan kolloid eritma koagulyatsiyaga uchraydi. Bu usulda xosil bo'lgan amorf cho'kmalarning umumiy satxi juda katta bo'ladi va shuning uchun ular eritmalaridagi xar xil bekorchi moddalarni o'ziga kristall cho'kmalarga nisbatan ancha ko'prk adsorbilaydi. Ikkinchi tomondan xosil bo'layotgan agregatlarda boshlangich kristallar orasidagi boglanish ancha bush bo'lgani uchun bu agregatlar parchalanib kolloid eritma xosil qilishi mumkin. Juda kam eriydigan moddalar ayniksa osonlik bilan amorf cho'kmalar xosil kiladi. Masalan bunday moddalarga metallarning sulfidlari va gidrooksidlari va boshqalar kiradi. Ularning eruvchanligi juda kam bo'lganligi sababli, cho'ktiruvchidan oz miqdorda qo'shilganda xam EK (eruvchanlik ko'paytmasi) qiymati nixoyatda ortib ketadi va natijada tezda juda ko'p miqdorda boshlangich kristallar xosil bo'ladi. Aksincha yaxshirok eriydigan cho'kmalarda ionlar konsentratsiyalari ko'paytmasi eruvchanlik ko'paytmasi qiymatidan unchalik ko'p ortib ketmaydi. Bu esa o'ta to'yingan eritmaning xosil bo'lishiga va kristall cho'kmaning xosil bo'lishiga olib keladi.

2.7. Tortma analizdagi xisoblashlar

Analiz natijasida olingan ma'lumotlar olingan modda massasiga nisbatan foiz xisobida ifodalanadi. Buning uchun tekshirilayotgan modda namunasining massasini xosil bo'lgan cho'kma massasini va uni kimyoviy formulasini aniqlash kerak.

Ayrim xollarda elementlarning foiz miqdoriga asoslanib tekshirilayotgan modda asosini tashkil etuvchi moddaning kimyoviy formulasi keltirib chikariladi. Boshqa xollarda texnik maxsulot tarkibidagi asosiy komponent miqdori aniqlanadi. Masalan bariy xlorida tarkibidagi $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ miqdori yoki Ba^{2+} ioni miqdori aniqlanadi.

Misol: Kimyoviy toza $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tarkibidagi Ba^{2+} ioni miqdorini aniqlang?

$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ namunasini tortimi 0,4872 qizdirishdan so'ng olingan BaSO_4 cho'kmasining massasi 0,4644 g

Yechish. Avvalo xosil qilingan 0,4644 g BaSO_4 tarkibidagi Ba^{2+} (uning atom massasi 137,4 g) ioni miqdorini xisoblaymiz.

233,40g BaSO_4 tarkibida – 137,40 g Ba^{2+} bor

0,4644 g BaSO_4 tarkibida – x g Ba^{2+} bor.

Analiz uchun olingan sof $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tarkibidagi Ba^{2+} ionining protsent miqdorini xisoblaymiz.

0,4872 g toza $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 100% tashkil etadi.

0,2733 g toza $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ x % ni tashkil etadi.

$$x = \frac{0,2733 \cdot 100}{0,4872} = 59,09\%$$

Demak, sof $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tarkibida 59,09 protsent bariy mavjud ekan.

Agar aniqlanayotgan element yoki ion olingan namuna xolida emas, balki boshqa xolatda aniqlanayotgan bo'lsa, tortma analizdagi natijalarni xisoblashlar paytida qayta xisoblash faktorlardan foydalaniladi. Qayta xisoblash faktori F aniqlanadigan modda atom (yoki molekulyar) massasini

yoki tenglashtirish usullardan ko'proq foydalaniladi.

Nazorat savollari

1. Fotometriya va kolorimetriya usulining mohiyati nimalardan iborat?
2. Buger-Lambert-Ber qonunini tushuntiring?
3. Kolorimetrik aniqlashlarni bajarishda qanday koidalarga rioya etiladi?
4. Eritmalarning rangini solishtirish usullari to'g'risida fikrlaringizni bildiring?
5. Vizual solishtirish usullari necha qismga bo'linadi?
6. Fe^{3+} ionini kolorimetrik usulda aniqlash nimadan iborat?
7. Fizikaviy va fizik-kimyoviy usullar necha qismga bo'linadi?
8. Adsorbtsiya nima?
9. Adsorbentning vazifasi nimalardan iborat?
10. Fotoelementlar nima vazifasini bajaradi?

9-ma'ro'za. XROMATOGRAFIK VA ELYEKTROMYETRIK ANALIZ USULLARI.

RYEJA:

- 9.1. Xromatografik analiz usulida qo'llaniladigan ionitlar.
- 9.2. Ion almashinish xromatografiyasining qo'llanilishi.
- 9.3. Suyultirilgan eritmalarning ionlar yordamida kontsentrlash.
- 9.4. Selitra tarkibidagi nitratlar miqdorini aniqlash.
- 9.5. Elektrometrik analiz va uning qo'llanilishi.
Eritmalarning pH qiymatini potentsiometrik usulda aniqlash.

Adabiyotlar: 1,2,3,4.

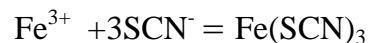
tayyorlanadi, ularda aniqlanadigan ioning konsentratsiyasi usib boruvchi miqdorlarda bo'ladi.

Tayyorlangan eritmalarning optik zichligi fotokolorimetr yordamida o'lchanadi, ordinatalar o'qiga optik zichliklari va abstsissalar o'qiga aniqlanayotgan ion konsentratsiyasining qiymatlari kuyib, kalibrangan grafik chiziladi

Kalibrangan grafik.

Fe³⁺ ionini kolorimetrik usul yordamida aniqlash

Birikmalar tarkibidagi temirning kolormetrik usulda aniqlash Fe³⁺ ionining NH₄SCN ammoniy rodanid bilan ta'sirlashuv reaksiyasi natijasida eritmasida qizil kon rangli birikma hosil bo'lishiga asoslangan. Bu reaksiyaning boshlanishi quyidagicha bo'ladi.



Eritmadan SCN⁻ ionlari konsentratsiyasining ortishi kompleks ionlar sonining ortishiga olib keladi, boshqacha aytganda eritma rangining intensivligi ortadi. Shu sababli tekshirilayotgan eritmalarga ammoniy rodaniddan ortiqcha miqdorda qo'shiladi. Uch valentli temir tuzlari ayniksa suyultirilgan eritmalarda ko'p gidrolizlanadi. Shuning uchun eritmaga nitrat kislota qo'shib gidrolizni bostirish kerak sulfat yoki xlorid kislotalardan foydalanilganda nitrat kislota ishlatilganidek effektiga erishib bo'lmaydi. Shuning uchun tekshirilayotgan eritmada qancha Cl⁻ ionlari bo'lsa, standart eritmaga shuncha miqdorda Cl⁻ ionlari kiritish kerak.

Fe³⁺ va SCN⁻ ionlari orasida boradigan rektsiya natijasida hosil bo'ladigan rang barkaror emas. Bu rang Fe³⁺ ionlarining SCN⁻ ionlari ta'siridan qaytarilish natijasida vaqt o'tishi bilan susayib boradi. Shu sababli Fe³⁺ ionlarining kolorimetrik usulda aniqlashda standart seriyalar usulidan foydalanish juda aniq natija bermaydi. Fe³⁺ ionini aniqlashda kolorimetrik titrlash

cho'kmadagi moddaning molekulyar massasiga nisbati bilan aniqlanadi.

Aniqlanadigan moddaning atom (yoki molekulyar) massasi

$$F = \frac{\text{cho'kmadagi moddaning molekulyar massasi}}{\text{cho'kmadagi moddaning molekulyar massasi}}$$

Qayta xisoblash faktori 1 g cho'kmadagi aniqlanayotgan moddadan kancha borligini Ko'rsatadi. Konkret xollar uchun qayta xisoblash faktori quyidagicha topiladi:

Aniqlanayotgan element yoki birikma	Xosil qilingan cho'kma (tortiladigan shakl)	Qayta xisoblash faktori
Ba	BaSO ₄	$A_{\text{Ba}} \mid M_{\text{BaSO}_4}$
Fe	Fe ₂ O ₃	$2A_{\text{Fe}} \mid M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$
FeO	Fe ₂ O ₃	$2M_{\text{FeO}} \mid M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$
MgO	Mg ₂ P ₂ O ₇	$2M_{\text{MgO}} \mid M_{\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7}$

Bariy aniqlanayotgan bo'lsa, cho'kma va tarozida tortiladigan namuna BaSO₄ formulaga ega bo'lsa, qayta xisoblash faktori ya'ni analitik ko'paytuvchi quyidagicha topiladi:

$$\Phi = \frac{A_{\text{Ba}}}{M_{\text{BaSO}_4}} = \frac{137,40}{233,40} = 0,5887$$

Qayta xisoblash faktorining qiymati spravochniklarda berilgan.

Analiz natijalarini xisoblashda qayta xisoblash faktorini qiymati inobatga olingan tayyor formuladan foydalaniladi:

$$x\% = \frac{\Phi \cdot \epsilon}{a} \cdot 100\%$$

Bunda:

a- tekshirilayotgan modda tortimi massasi, g

b- tortiladigan namuna massasi, g

f- qayta xisoblash faktori

Ushbu formuladan hamda 2 misolda keltirilgan ma'lumotlardan foydalanib Ba Cl₂·2H₂O tarkibidagi bariyini protsent miqdorini xisoblab topish mumkin:

$$x\% = \frac{\Phi \cdot \epsilon}{a} \cdot 100\% = \frac{0,5887 \cdot 0,4644}{0,4872} \cdot 100\% = 59,09\%$$

Demak, tayyor formuladan foydalanilganda xisoblash ancha osonlashadi.

Analiz natijalarini laboratoriya jurnaliga tartib bilan analiz kachon utkazilgani, chislosi, analizni nomi, aniqlash metodikasi, ulchash va tarozida tortish natijalari, analiz natijalarini xisoblashni yozib borish kerak.

2.8. Tuproqdagi namlik miqdorini aniqlash.

Tuproqning namligini aniqlash uchun xar xil uchastkalardan tuproq namunasi olinib, kuritish shkafida kuritiladi. Namunaning avvalgi va keyingi massalari orasidagi farkdan tuproqdagi namlik miqdori xisoblanadi.

Analiz bajarish tartibi. Tajriba tavfsilotlarini yozish uchun quyidagicha jadval tayyorlanadi

$$C_{\text{teksh}} \cdot h_{\text{teksh}} = C_{\text{stand}} \cdot h_{\text{stand}} \quad \text{yoki} \quad C_{\text{teksh}} = \frac{C_{\text{stand}} \cdot h_{\text{stand}}}{h_{\text{teksh}}}$$

Fotokolorimetrik solishtirish usullari.

Rangli eritmalar intensivligini fotokolorimetrik solishtirish usuli yordamida baxolashda fotoelementlardan foydalaniladi. Fotoelement metall-plastinka yuzasida yupka plyonka hosil qilib koplangan yarim o'tkazgich qavatidan iborat. Yorug'lik oqimi fotoelementga tushganda elektr toki hosil bo'ladi, bu tok kuchining miqdori fotoelementga tushayotgan yorug'lik oqimi intensivligiga to'g'ri proporsional bog'langan. Shunday qilib, eritma rangini ko'zatishta galvanometr strelkasining ogishidan foydalaniladi. Fotokolorimetrlarning ikki tipi mavjud: To'g'ri ta'sir etuvchi (loptik yelkali) va differentsial (ikki optik elkali) boshqacha aytganda optik yoki elektrik kompensatsiyaga ega bo'lgan kolorimetrlar. Birinchi kolorimetrga bitta foto element ikkinchisida ikkita foto element bor. Yuqorida aytib utilganidek, eritmaning rangining och-to'qligi galvanometr strelkasining kichik yoki katta ogishiga olib keladi, ya'ni galvanometr strelkasining ogishini ko'rsatadigan shkala orqali eritmaning optik zichligi qiymati o'lchanadi. Avval standart eritmaning optik zichligi D_{stand} , so'ngra tekshirilayotgan eritmaning optik zichligi D_{tekshir} o'lchab olinadi. Ulardan foydalanib, tekshirilayotgan eritmadagi moddaning konsentratsiyasi xisoblanadi.

Bunda :

$$C_{\text{tekshir}} = \frac{C_{\text{stand}} \cdot D_{\text{tekshir}}}{D_{\text{stan}}}$$

Ba'zan tekshirilayotgan eritmaning konsentratsiyasining xisoblashda kalibrlangan grafikdan foydalanish mumkin. Bunday grafikni chizish uchun standart eritmalar seriyasi

2. **Suyultirish usuli.** Bu usulda birgina standart eritma tayyorlanadi. Tekshirilayotgan eritmaga reaktiv qo'shib, unda xususiy rang hosil qilinadi. Standart yoki tekshirilayotgan eritmalardan qaysi birining rangi quyuqrok bo'lsa, usha eritmani asta-sekin suyultirish yo'li bilan eritmalar rangi tenglashtiriladi. Masalan tekshirilayotgan eritmaning xajmi 15,00ml bo'lib u 24,75ml ga qadar suyultirilgan bo'lsin u xolda aniqlanayotgan ionning eritma suyultirilganiga qadar ulgan konsentratsiyasi $24,75:15,00=1,65$ marta standart eritmaning konsentratsiyasiga nisbatan ko'p ekan. Tekshirilayotgan eritmadagi aniqlanayotgan ionning konsentratsiyasini topish uchun standart eritma konsentratsiyasini 1,65 ga ko'paytirish kerak.

3. **Kolorimetrik titrlash usuli.** O'lchov tsilindriga tekshirilayotgan eritma va rangli birikma hosil qiluvchi reaktiv solinadi. (Masalan tekshirilayotgan eritmada Fe^{3+} ion mavjud bo'lsa, unga nitrat kislotasi va ammoniy rodanid qo'shiladi). Xuddi shunga o'xshash boshqa tsilindrga aniqlanayotgan (ya'ni Fe^{3+} ionini) o'zida saklovchi eritmadan boshqa reaktivlar solinadi. Hosil bo'lgan aralashma byuretkadagi Fe^{3+} tuzining standart eritmasi bilan titrlanadi. Ikkala tsilindrlardagi eritmalarning rangi o'zaro tenglashganda titrlash to'xtatiladi.

4. **Tenglashtirish usuli.** Tubi tiniq bo'lgan tsilindrga qo'yilgan eritmaga yuqoridan karaganda uning rangining intensivligi Suyuqlik katlami balandligi (ya'ni qalinligi) bilan to'g'ri proporsional bog'lanishda ekanligini ko'rish mumkin. Eritmalardan biri qavatining qalinligi (h_{stand}) o'zgartirmasdan ikkinchisidagi (h_{teksh}) o'zgartirib standart va tekshirilayotgan eritmalar rangning intensivliklari orasidagi farq yo'qotiladi, ya'ni ikkala eritma rangining intensivligi bir-biriga tenglashtiriladi. Eritmalar katlamlarining qalinliklarini va standart eritma konsentratsiyasini bilgan xolda tekshirilayotgan eritmadagi aniqlanayotgan modda konsentratsiyasini xisoblab topish mumkin.

Bunda quyidagi formuladan foydalanish mumkin.

Byuksning massasi gramm xisobida		Tuproqning massasi g xisobida			Tuproqning namligi % xisobida
Tuproqsiz	Nam tuproq bilan	Quritilgan tuproq bilan	Quritilmagan	Quritilgan	

Maydonning turli uchastkalaridan 15-20 sm cho'kurlikdan tuproq namunasi (0,5g dan) olib, uni kopkogi zich bekiladigan, massasi aniq, toza va kuruk byuksga solinadi, so'ngra byuksning tuproq bilan birgalikdagi massasi aniqlanadi. Shundan keyin tuproqli byuks 100-105 O^S gacha qizdirilgan kuritish shkafiga kuyiladi. Bunda byuksning kopkogini olib kuritish shkafidagi byuks yoniga kuyish kerak. Byuks bir nechta bo'lsa, byuks va kopkokning ishtalangan joyiga kora kalam bilan bir xildagi nomer kuyish kerak.

Tuproqli byuks 3-4 soat davomida quritilgandan so'ng, byuks va uning kopkogini tigel kiskich bilan shkafdan olib, eksi qatorga chinni plastinka ustiga qo'yiladi va uning temperaturasi xona temperaturasiga tenglashguncha, ya'ni 20-25 minut kutiladi. Quritilgan tuproqni xavoda sovitish maksadga muvofik emas, chunki u xavodan namni yutadi. Sovitilgan tuproqli byuksning kopkogi yopiladi va massasi analitik tarozida aniqlanadi.

Tuproq yana kuritish shkafida 1 soat davomida kuritiladi, eksiqatorda sovitilib, massasi ulchanadi. Agar qayta tortilganda quritilgan tuproqli byuksning birinchi va ikkinchi ulchangan massalari o'zaro teng bo'lsa, kuritishni tugallangan deb xisoblash mumkin.

Tuproqdagi namlikni % miqdorini xisoblash uchun quyidagi formuladan foydalanish mumkin:

$$x\% = \frac{100 \cdot \epsilon}{a}$$

bu yerda: a – kuritilmagan tuproq massasi, g xisobida

v- quritilgan tuproq massasi, g xisobida.

Analiz bajarish uchun ko'p vaqt kerak bo'ladi va uni bir mashgulot davomida bajarib bo'lmaydi, shuning uchun tuproqni oxirigacha kuritishni laborantga topshirib, keyingi mashgulotga qadar ekvivalentda saqlab, so'ngra massasini tarozida aniqlash mumkin

Nazorat savollari:

1. Tortma analizning mohiyati nimalardan iborat?
2. Tortma analizda xosil qilingan cho'kma qanday talablarga javob berishi kerak?
3. Cho'ktirishning tulik- tulikmas bo'lishi qanday omillarga bog'liq?
4. To'z effekti nima?
5. Birgalashib cho'kishni kamaytirish uchun nima qilish kerak?
6. CaSO₄ ning eruvchanligi 1,1g/1. Uning EK si topilsin? Tuproqdagi namlik miqdori qanday qilib, aniqlanadi. Cho'ktiriladigan va tortiladigan formaga qanday talablar qo'yiladi? Tortma analizdagi xisoblashlar qanday amalga oshiriladi? Amorf va kristall cho'kmalar qanday xosil bo'ladi?

3-ma'ro'za. XAJMIY ANALIZ

RYEJA:

1. Xajmiy analizning mohiyati.
2. Xajmiy analizda qo'llaniladigan reaksiyalarga qo'yiladigan talablar.
3. Xajmiy analiz usullari haqida tushuncha.

namunalar, rudalar, kotishmalar tarkibining aniqlashda keng foydalaniladi.

8.3. Eritmalarning rangini solishtirish usullari

Eritmalar ranglarining intensivligini solishtirishda asosan vizual va fotoelektrokolorimetrik usullardan foydalaniladi. Vizual usul bilan olingan natijalarning aniqlik darajasi ancha past, chunki olingan natija tajriba o'tkazuvchining sub'ektiv xolatiga bog'liq. Fotokolorimetrik usulda eritma rangining intensivligini o'lchash orqali ob'ektiv ma'lumotlar olinadi va ularning aniqlik darajasi yuqori.

Vizual solishtirish usullari

1. Standart seriyalar usuli. Bu usulda bitta standart eritma tayyorlanmay . balki aniqlanadigan ionning asta-sekin ortib boradigan konsentratsiyalarga ega bo'lgan 10-15 ta standart eritmalar seriyasi tayyorlanadi. Masalan: Cu²⁺ ionini standart seriyalar usuli bilan aniqlash uchun bir xil xajmli probirkalardan 10-15 ta olib ularga CuSO₄ standart eritmasidan ortib boradigan miqdorlarda (masalan 1,00:2,00:3,00 ml) solinadi, Cu²⁺ ionlarini intensivligi zangori rangli [Cu (NH₃)₄]²⁺ kompleks ionlariga aylantirish uchun tegishli reaktiv (masalan NH₄OH) eritmasidan barcha probirkalarga bir xil xajmda solinib, ularning xajmi bir bo'lguncha disstillangan suv qo'shib, suyultiriladi. Shunday qilib, tekshiriladigan eritmadagi misning qaysi konsentratsiyasiga qanday rang to'g'ri kelishini Ko'rsatadigan kolorimetrik shkala hosil qilinadi.

Tekshiriladigan eritmaga ham NH₄OH eritmasidan qo'shib xuddi yuqoridagi kabi disstillangan suv kuyib suyultiriladi. Tayyorlangan eritmaning ranggi kolorimetrik shkaladagi standart eritmalar rangi bilan solishtirilib kuriladi.

Eritmalar ranglarini intensivligingini solishtirishda komparatar asbobidan keng foydalaniladi.

tengligi hamda eritma rangining bir xil ekanligi xisobga olinsa tenglamalarning ung tomoni o'zaro teng va shuning uchun ularning chap tomonlari ham teng bo'ladi, ya'ni

$$\frac{D_{\text{teksh}}}{C_{\text{teksh}}} = \frac{D_{\text{stand}}}{C_{\text{stand}}} \quad \text{yoki} \quad C_{\text{teksh}} = \frac{D_{\text{teksh}}}{D_{\text{stand}}} C_{\text{stand}}$$

Bu formuladan foydalanib, rangli moddaning eritmadagi konsentratsiyasini aniqlash uchun ikkala eritmaning optik zichliklarini o'lchash kerak bo'ladi, chunki standart eritmaning konsentratsiyasi oldindan ma'lum. Eritmaning optik zichligini aniqlash uchun fotoelektrik kolorimetrdan foydalaniladi.

Kolorimetrik aniqlashlarni bajarishda ba'zi koidalarga rioya qilish talab etiladi, jumladan:

1. Tekshirilayotgan eritmaga qanday reaktiv, qaysi tartibda va qancha miqdorda qo'shiladigan bo'lsa standart eritma ham usha reaktiv, shu tartibda va shuncha miqdorda qo'shiladi, ikkala xolda ham bir xil o'lchov idishdan foydalanish kerak. Ranglari solishtirilayotgan eritmalarning temperaturalari ham bir xil bo'lishi lozim
2. Rang paydo kiluvchi reaktiv qo'shishdan oldin tekshirilayotgan modda eritmasi rangsiz bo'lishi kerak, Agar u rangli bo'lsa, uni rangsizlantirish kerak.
3. Tekshirilayotgan eritma rangining intensivligi juda katta yoki kichik bo'lmasligi kerak.
4. Eritmaning rangi butun analiz davomida barkaror intensivlikka ega bo'lishi lozim. Odatda eritmalar tayyorlangach ma'lum vaqtdan so'ng eritmalar rangi solishtiriladi
5. Tekshirilayotgan va standart eritmalarning bir kyuvetada solishtirib kuruladi.

Kolorimetriya usuli tortma va xajmiy analiz usullariga nisbatan bir qator afzalliklarga ega. Kolorimetr analizi juda tez bajariladi. Kolorimetrik usuldan tuproq, usimliklardan olingan

4. Standart ishchi eritmalarning konsentratsiyalari.
5. Titirlangan va standart eritmalar.
6. Titrimetrik analizdagi xisoblashlar.

Adabiyotlar 1,2, 6.

Tayanch iboralar.

Normal konsentratsiya, molyar konsentratsiya, molyarlik, normallik, molyal, massa ulushi, xajmiy ulush, eritma, konsentratsiya, xromotometriya, permanganometriya.

3.1 Xajmiy analizning mohiyati.

Kimyoviy analiz usullari orasida tortma analiz usuli eng aniq usuldir. Shu bilan birga uning ishlatilish soxasi juda kengdir, Chunki xar qanday element qiyin eriydigan biror birikma xosil kiladi va uning miqdori tortma analiz usullardan foydalanib aniqlanadi. Lekin bu usulning katta kamchiligi ham bor. Bu shundan iboratki, modda va idishlarni tortishda ko'p vaqt ketadi. Bu analizning natijasi kulay xollarda bir necha soatdan so'ng olinadi, ko'pincha esa analiz kelasi kungacha davom etadi.

Xajmiy analiz bajarilish tezligi jixatidan tortma analizga nisbatan katta afzalliklarga ega. Xajmiy, ya'ni titrimetrik анализда reaksiyaga kirishayotgan moddalarni aniq xajmi aniqlanadi. Xajmiy analizda reaksiya maxsulotini tarozida tortish urniga reaksiyaga sarflangan va konsentratsiyasi yoki titri aniq ma'lum bo'lgan reaktiv eritmasining xajmi ulchanadi va shuning uchun aniqlash tez bo'ladi.

Titri deb, odatda, 1 ml eritmadagi erigan moddaning grammlar soniga aytiladi. Masalan H_2SO_4 ning titri 0,0049 g/ml ga teng deyilsa, bu sulfat kislota shu eritmasining xar bir millilitrida 0,0049 g H_2SO_4 bo'lishini ko'rsatadi. Titri T xarfi bilan ifodalanadi va tegishli moddaning formulasini

Ko'rsatiladi. Masalan, ayni xolda:

$$T_{H_2SO_4} = 0,0049 \text{ g/ml}$$

Titri aniq ma'lum bo'lgan eritma titrlangan eritma deyiladi.

Konsentratsiyasi ma'lum bo'lgan va uning yordamida boshqa elementlardagi moddaning miqdori aniqlanadigan eritma titrlangan yoki standart ishchi eritma deb ataladi.

Xajmiy analizning eng muxim operatsiyalardan biri titri aniq ishchi eritmani konsentratsiyasi aniqlanishi kerak bo'lgan modda eritmasiga asta sekin qo'shish, ya'ni ikkala, eritmadagi erigan moddalarning o'zaro ekvivalent miqdorini topish demakdir.

Titrlashda qo'shilgan reaktiv miqdori aniqlanayotgan modda miqdoriga evivalent bo'lgan payt ekvivalent nukta deb ataladi.

Ekvivalent nuktani aniqlash eritma rangining o'zgarishiga, titrlanayotgan eritmaning fizik kimyoviy xossalari o'zgarishiga yoki idikatorlar qo'llanishiga asoslanadi. Ekvivalent nuqtaga erishilgandan so'ng titrlash tuxatiladi. Titri aniq ishchi eritmaning sarflangan xajmi konsentratsiyasiga asoslanib analiz natijasi xisoblanadi.

Aytaylik, eritmadagi sulfat kislota miqdorini aniqlash kerak bo'lsin. Buning uchun konussimon kolbaga analiz qilinadigan eritmadan aniq xajm ulchab solinadi. (Masalan, 1500ml) va unga byuretka orqali tomchilatib titri aniq natriy gidroksid eritmasi tomiziladi. Ekvivalent nuktani aniqlash uchun fenolftaleindan foydalaniladi, chunki, eritma 1 tomchi ortikcha natriy gidroksid ta'siridan ham kirmizi rangga buyaladi. Kislota eritmalarida esa fenolftalein rangsiz bo'ladi. Xajmiy analizda tez va oxirigacha boradigan reaksiyalar qo'llaniladi. Bunda eritmalar urtasidagi reaksiyalarning

h_{teksh}

Аниқлашлар турли то'лиқин о'зунликларидаги нурларнинг йиг'индисидан иборат ок но'рни рангли эритмалар орқали о'tishidan foydalanib, o'tkaziladi. Yuqorida ikki eritmaning katlamlari qalinliklari turlicha (ya'ni $h_{\text{stand}} \neq h_{\text{teksh}}$) bo'lgan xolda eritma konsentratsiyasini aniqlash bilan tanishdik.

Amalda $h_{\text{stand}} = h_{\text{teksh}}$ bo'lgan sharoitda tekshirilayotgan eritma konsentratsiyasini aniqlashdan keng foydalaniladi. Eritmalarning qalinliklri bir xil bo'lgani uchun turli konsentratsiyaga mos ravishda eritmalaridan o'tgan nurning intensivliklari (\mathfrak{I}'_y va \mathfrak{I}_y) qiymatlari ham har xil bo'ladi, bo'larga mos ravishda ikkala eritmaning optik zichliklari D_{teksh} va D_{stand} har xil bo'ladi. Eritmalarning optik zichliklarining o'lchash yo'li bilan tekshirilayotgan eritma konsentratsiyasini aniqlash uchun foydalaniladigan formula quyidagicha keltirib chiqariladi:

$$\lg \frac{\mathfrak{I}_T}{\mathfrak{I}_y} = D_{\text{teksh}} = E \cdot h_{\text{teksh}} \cdot c_{\text{teksh}} \quad \text{va}$$

$$\lg \frac{\mathfrak{I}_T}{\mathfrak{I}_y} = D_{\text{stand}} = E \cdot h_{\text{stand}} \cdot c_{\text{stand}}$$

$$\text{yoki} \quad \frac{D_{\text{teksh}}}{D_{\text{teksh}}} = E \cdot h_{\text{teksh}} \quad \text{va}$$

$$\text{yoki} \quad \frac{D_{\text{stand}}}{D_{\text{stand}}} = E \cdot h_{\text{stand}}$$

Yuqorida keltirilgan h_{stand} va h_{teksh} lar qiymatlarining o'zaro

$$\mathfrak{T}_T \quad \lg \frac{\quad}{\mathfrak{T}_y} = E \cdot h_{\text{teksh}} \cdot c_{\text{teksh}} \quad \text{va}$$

$$\lg \frac{\mathfrak{T}_T}{\mathfrak{T}_y} = E \cdot h_{\text{stand}} \cdot c_{\text{stand}}$$

Rangli modda ikkala eritmada bir xil bo'lgani uchun E ning qiymati ham ikkala tenglamada bir xil bo'ladi. Ikkala eritma bir xil yoritilgani uchun \mathfrak{T}_T ning qiymatlari ham teng:

Agar yorug'lik o'tadigan ikkala eritma qavatlarining qalinliklari o'zgartirib, ikkala eritma rangini bir xil tusga keltirsak, u xolda \mathfrak{T}_y va \mathfrak{T}_y ham o'zaro teng bo'ladi. Demak, yuqoridagi ikkala tenglamaning chap tomonlari bir xil va shuning uchun ularning uq tomonlari ham o'zaro teng bo'ladi, ya'ni

$$E \cdot C_{\text{teksh}} \cdot h_{\text{teksh}} = E \cdot c_{\text{stand}} \cdot h_{\text{stand}}$$

$$\text{yoki} \quad C_{\text{teksh}} \cdot h_{\text{teksh}} = c_{\text{stand}} \cdot h_{\text{stand}}$$

Bu tenglama eritmalarining rangi bir xil bo'lganda eritma konsentratsiyasining uning qavat qalinligiga ko'paytmasi ikkala eritma uchun bir xil qiymatga ega ekanligini ko'rsatadi.

Standart eritmaning konsentratsiyasi ma'lum bo'lganligi uchun ikkala eritma qavati qalinliklarini bu eritmalar rangining intensivliklari bir bo'lganda olingan h_{TEKSH} va $h_{\text{СТАНД}}$ kattaliklar nisbati $h_{\text{stand}} : h_{\text{teksh}}$ ni tajribada topib so'ngra tekshirilayotgan eritmaning konsentratsiyasi C_{tek} ni xisoblash mumkin.

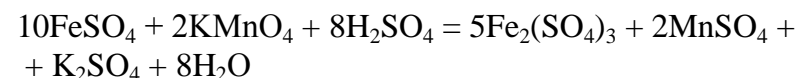
$$C_{\text{tekshirish}} = \frac{C_{\text{stand}} \cdot h_{\text{stand}}}{\quad}$$

oxirigacha borishi, ularning tashki belgisidan aniq bilinib turishi kerak. Titrimetrik analiz tortma analizga nisbatan bir muncha afzalliklarga ega. Xajmiy analizda tortma analizdagiga nisbatan tezrok natija olinadi, xajmiy analizda esa usha birinchi operatsiyaga teng ishni bajarib analiz natijasi olinadi.

3.2. Xajmiy analizda qo'llaniladigan reaksiyalarga qo'yiladigan talablar.

Xajmiy analizning tortma analizdan eng muxim farki shundaki, titrlashda reaktiv ortikcha miqdorda emas, balki reaksiya tenglamasiga aniq muvofik keladigan, aniqlanayotgan moddaga kimyoviy jixatdan ekvivalent bo'lgan miqdorda olinadi. Analiz natijalarini xisoblash ham ekvivalentlikka asoslangandir. Demak, titrlashda ekvivalent bo'lish paytini aniq bilib olish yoki boshqacha aytganda, ekvivalent nuktani belgilab olish kerak.

Ba'zi xollarda, biror ranga buyalgan reaktiv reaksiya protsessida o'z rangini o'zgartirishga karab ekvivalent nuktani belgilab olish mumkin bo'ladi. Masalan, sulfat kislotaga qo'shilgan FeSO_4 eritmasini KMnO_4 eritmasi bilan titrlaganda quyidagi reaksiya ketadi :



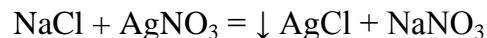
Bunda tomizilayotgan xar bir tomchi KMnO_4 ning rangi shu ondayok yo'qoladi. Bu intensiv rangli MnO_4^- ionlarining Fe^{2+} ionlari ta'sirida deyarli rangsiz Mn^{2+} ionlarigacha qaytarilishidandir.

Lekin FeSO_4 gacha hammasi $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ gacha oksidlanib bo'lgach, tomizilgan bir tomchi KMnO_4 eritmani och pushti ranga kiritadi ; bu esa ekvivalent nuqtadan o'tib ketilganligini va titrlashni tugatish zarurligini bildiradi. Shunday qilib titrlash aniq ekvivalent nuqtada tamomlanmasdan bir oz "o'tkazib" yuboriladi, ya'ni oxirgi

tomizilgan bir tomchi titrlangan eritmadagi KMnO_4 ortiqcha kiritiladi. Natijada titrlash xatosi deb ataladigan xatolikka yo'l qo'yiladi.

KMnO_4 ning titrlangan eritmasi juda suyultirilgan va uni e'tiborga olmaslik ham mumkin.

Xloridlarni AgNO_3 eritmasi bilan titrlashda



AgNO_3 ning titrlangan eritmasini tomizishni AgCl tushishi to'xtaguncha davom ettirish mumkin lekin ekvivalent nuqtani belgilab olish oson bo'lsin uchun titrlanayotgan NaCl eritmasiga bir necha tomchi $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ qo'shish qulayroqdir. Ma'lumki Ag^+ ionlari Cl^- ionlarini ham CrO_4^{2-} ionlarini ham cho'ktiradi. Lekin AgCl ning eruvchanligi ($1,3 \cdot 10^{-5}$ mol/l), Ag_2CrO_4 ning eruvchanligi ($7,5 \cdot 10^{-5}$ mol/l) dan ancha kam, shuning uchun eng avval AgCl ning eruvchanlik ko'paytmasi zarur qiymatga yetadi va u ok cho'kma xolida cho'kadi. Cl^- ionlarining hammasi cho'kib bo'lganidan so'ng kumush xromatining EK qiymati yetishadi va kizil-gisht rangli cho'kma xolda cho'ka boshlaydi. AgNO_3 eritmasidan bir tomchi ortiqcha qo'shilganda Ag_2CrO_4 cho'ka boshlash paytini oppok cho'kmaning kizil kungir rangga kira boshlashidan bilish mumkin. Oson titrlashda $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ ga o'xshash oson sezilarli o'zgarishga uchraydigan ekvivalent nuqtani belgilashga imkon beradigan moddalar indikatorlar deb ataladi.

3.3. Xajmiy analiz usullari haqida tushuncha.

Xajmiy analizda foydalaniladigan reaksiyalar o'zining xarakteriga karab turli xillarga bo'linadi. Shunga asosan xajmiy aniqlashlarni quyidagi asosiy usullarga bo'lish mumkin.

1. Neytrallashtirish usuli
2. Oksidlanish-qaytarilish usullari

formulaning chap tomonidagi ifoda rangli eritmalarini harakterlovchi muxim kattalik bo'lib. u eritmaning optik zichligi deb ataladi va D harfi bilan belgilanadi.

$$D = \lg \frac{I_0}{I} = E \cdot c \cdot h$$

Demak, eritmaning optik zichligi rangli eritmaning konsentratsiyasiga va katlamning qalinligiga to'g'ri proporsional bog'langan. Bundan esa eritmalar katlamlarining qalinligi o'zaro teng bo'lgan xolda qaysi eritmada rangli birikma (yoki ionning) konsentratsiyasi ko'p bo'lsa usha eritmaning optik zichligi ham katta bo'ladi, degan xulosa chiqariladi.

Bu konuniyatdan kolorometrik analiz uchun muxim bo'lgan xulosa chiqarish mumkin. Tarkibidagi rangli moddaning konsentratsiyali har-xil bo'lgan ikki eritma ranglarining intensivligi o'zaro solishtirilganda ular bir xil bo'lgan ikki eritma ranglarining intensivligi o'zaro solishtirilganda ular bir xil qiymatga ega bo'lishi uchun konsentratsiya bilan teskari proporsional bog'lanishda bo'lgan kattalik eritma katlamining qalinligini o'zgartirishi zarur. Endi Buger-Lambert-Ber konunida kelib chikadigan va kolorometriyada qo'llaniladigan ranglar intensivligini takkoslash uchun foydalaniladigan xulosalar bilan tanishib chikamiz. Ranglari bir bo'lgan tekshiriladigan va standart eritmalar berilgan bo'lsin. Mos ravishda ularning konsentratsiyalarini $C_{\text{текш}}$ va $C_{\text{станд}}$ bilan belgilaymiz.

Birinchi eritmaning katlam qalinligi $h_{\text{текш}}$ (см) va ikkinchisidiki $h_{\text{станд}}$ (см) bo'lsin. Har qaysi eritma uchun Buger-Lambert-Ber qonunining tenglmasini tadbqiq etib quyidagini yozamiz.

Eritma rangining intensivligi bilan undagi rangli ion (yoki modda miqdori orasidagi bog'lanish Buger-Lambert-Ber konuni bilan ifodalanadi:

$$\mathfrak{D}_y = \mathfrak{D}_T \cdot 10^{-E \cdot c \cdot h}$$

Bu yerda \mathfrak{D}_y - eritma orqali o'tayotgan yorug'lik oqimining intensivligi

\mathfrak{D}_T -eritmaga tushayotgan yorug'lik oqimining intensivligi

E -yorug'lik yutilish koeffitsienti, o'zgarmas kattalik bo'lib, u eritilgan modda (molyar yutilish koeffitsienti, tabiatiga bog'liq.

c -rangli moddaning eritmadagi molyar konsentratsiyasi

h -Yorug'lik yutuvchi eritma katlamining balandligi qalinligi / sm

Buger-Lambert-Ber konunining fizik ma'nosi quyidagicha. Eritmalarning rangi bir xil bo'lsa, shuningdek ularning konsentratsiyalari va qavatlari qalinliklari o'zaro teng bo'lsa ikkala eritmaga tushayotgan yorug'likning teng kislari yutiladi. Boshqacha aytganda , usha eritmalarda yorug'likning yutilishi bir xil bo'ladi.

Yuqoridagi keltirilgan formula logarifmlansa va uning ishorasi teskarisiga o'zgartirilsa u quyidagi ko'rinishga keladi:

$$\lg \frac{\mathfrak{D}_y}{\mathfrak{D}_T} = E \cdot c \cdot h \quad \text{yoki}$$

$$\lg \frac{\mathfrak{D}_T}{\mathfrak{D}_y} = E \cdot c \cdot h$$

3. Cho'ktirish

4. Kompleks xosil qilish.

Neytrallash usuliga kislotada va ishkorlarning o'zaro ta'siriga ya'ni neytrallanish reaksiyalariga asoslangan xajmiy aniqlashlar kiradi



Neytrallash usuli yordami bilan berilgan eritmadagi kislotalarning miqdori aniqlanadi va shuningdek neytrallash bilan bog'liq bo'lgan bir qator masalalar yechiladi.

Oksidlanish –qaytarilish usullari.

Bulardan eng ko'p qo'llanadiganlari:

Permanganometriya, bunda kaliy permanganat ($KMnO_4$) bilan oksidlash reaksiyalaridan foydalaniladi.

Yodometriya, bu usulda erkin yod bilan oksidlash yoki J -ionlari bilan qaytarish reaksiyalarga asoslangan.

1. Xromatometriyada kaliy bixromat $K_2Cr_2O_7$ bilan oksidlanish reaksiyalaridan foydalaniladi. Bromatometriyada kaliy bromat $KBrO_3$ bilan oksidlash reaksiyalaridan foydalaniladi. Titrimetrik analizda turli xil kimyoviy reaksiyalar qo'llaniladi.

2. Ionlarning o'zaro ta'siriga asoslangan usullar.

3. Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalariga asoslangan usullar.

4. Kompleks xosil bo'lishiga asoslangan usullar.

Cho'ktirish va kompleks hosil qilish usullari. Bu usullarga biror ionni qiyin eriydigan birikma tarzida cho'ktirishga yoki kam dissotsilanadigan kompleks xolida boglashga asoslangan xajmiy aniqlashlar kiradi. Aniqlash kaysi usul bilan olib borilmasin, unda hamma vaqt:

a) Reaksiyaga kirishayotgan eritmalarning xajmi aniq o'lchanadi.

b) Titrlashga ishlatiladigan titrlangan ishchi eritmasi bo'ladi.

v) Analiz natijalarini xisoblab chikariladi.

3.4. Standart ishchi eritmalarining konsentratsiyalari.

Xajmiy analizda eritmalar konsentratsiyalarini ifodalashda asosan normal konsentratsiyali eritmalaridan foydalaniladi. Normallik 1 litr eritmada bo'ladigan eruvchi moddaning gramm-ekvivalentlari soni bilan aniqlanadi.

Titrimetrik analizda standart ishchi eritma sifatida odatda 0,1n va 0,2 n konsentratsiyali eritmalar nisbatan ko'prok 1 n va 0,5 n konsentratsiyali eritmalar nisbatan kam ishlatiladi, chunki keyingi konsentratsiyalar titrlash paytida ko'prok xatolarga yo'l kuyadi.

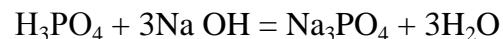
Normal eritmalar tayyorlashda kislota, asos va tuzlarning ekvivalent massalarini xisoblashni bilish kerak.

Moddaning gramm-ekvivalenti deyilganda uning ayni reksiya davomida 1g -atom yoki 1 g -ion vodorodga ekvivalent miqdori tushuniladi.



Kimyoviy tenglamadan ko'rinib turibdiki 1 g-mol HNO₃ eritmaga 1 gramm H⁺ beradi va ushancha gidroksil OH⁻ ionlar bilan o'zaro ta'sirlashadi, chunki nitrat kislotaning ekvivalent massasi uning molekulyar massasiga ya'ni 63g ga teng. Ekvivalent massa doimiy son bo'lmay modda ishtirok etayotgan reaksiyaning xususiyatiga bog'liq. Mol esa doimiy kattalikdir. Bir moddaning o'zi reaksiyaga qanday kirishayotganligiga qarab turli xil ekvivalent qiymatga ega bo'lishi mumkin.

Masalan, ko'p asosli kislotalar kimyoviy reaksiyalarda o'z tarkibidagi barcha yoki ayrim vodorod ionlari bilan ishtirok etishi mumkin. Ana shunday kislotalarning ekvivalenti xar xil bo'ladi. Quyidagi reaksiyada:



rangi qancha intensiv (to'q) bo'lsa, ionning eritmadagi konsentratsiyasi shuncha yuqori bo'ladi yoki aksincha.

Kalorimetrik analiz-rangli eritmada yorug'lik spektrining ko'rinish soxasida yotuvchi no'ning yutilishi darajasini ulchashga asoslangan.

Ko'pgina moddalarning eritmaları o'zi uchun harakterli rangga ega chunki ularning molekula yoki ionlari no'rni tanlab yutadi. Masalan



kabi kompleks va oddiy ionlari bo'lgan eritmalar o'zining xususiy rangiga ega. Ba'zi moddalar suvda erishi protsessida rang paydo bo'ladi. Ammo, ko'pchilik xollarda eritmani biror rangga kiritish uchun unga aniqlanadigan element ioni bilan ximiyaviy reaksiyaga kirisha oladigan biror reaktiv qo'shishga to'g'ri keladi. Masalan temir Fe³⁺, ionini kalorimetrik usulda aniqlashda eritmaga temir (111) ionlari bilan qizilkon rangli birikma ya'ni Fe(SCN)₃ temir (111) rodanid hosil qiladigan modda-ammoniy rodanid NH₄SCN qo'shiladi.

Aniqlanadigan ionning o'zi rangli bo'lib, u yetarli darajada intensiv bo'lmagan xollarda ham eritmani biron rangga kiritadigan reaktivlardan foydalanishga to'g'ri keladi. Masalan, mis (11) tuzlarning eritmaları xavo rang tusli bo'ladi. Ammo bu rang etarli darajada intensiv (to'q) emas. Shuning uchun Cu²⁺ ionini kalorimetrik usulda aniqlashda eritmaga NH₄OH ammoniy gidroksid ta'sir ettirib Cu²⁺ ionini intensiv zangori tusli kompleks ion [Cu(NH₃)₄]²⁺ ga o'tkaziladi. Tekshirilayotgan rangli eritmada yorug'likning yutilishini ulchab yoki rangining intensivligini aniqlanadigan ionning aniq konsentratsiyali eritmasi rangining intensivligiga solishtirish yo'li bilan analiz qilinayotgan eritma tarkibidagi rangli modda konsentratsiyasi aniqlanadi.

8.2. Buger-Lambert-Ber konuni va uning fizik mohiyati.

Fizikaviy va fizika-kimyoviy usullarni besh sinfga bo'lish maksadga muvofiqdir.

Tekshiriluvchi birikmalarning optik xossalari asoslangan spektral usullar.

Analiz qilinadigan moddalarning elektr xossalari foydalanishga asoslangan elektr-ximiyaviy usullar.

Moddalarning saylab adsorbtsiya qilishiga asoslangan xromotografik usullar.

Ayni elementning radiaktiv nurlar chiqarishiga asoslangan radiometrik usullar.

Ionlashgan ayrim atom, molekula va radiakallarning massalarini aniqlashga asoslangan mass-spektrometrik usullar.

Bu usullarning bayonotini optik usullardan boshlaymiz. Ular jumlasiga fotometriya (kalorimetriya) emission spektral analiz adsorbtsion spektral analiz yorug'likning yoyilishiga asoslangan kombinatsion spektral analiz, turbidimetriya (ya'ni loyka eritma orqali o'tadigan nur intensivligini ulchashga asoslangan usul) nefelometriya, lyuminestsentsiya, fluorestsentsiya usullari kiradi.

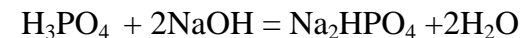
8.1. Fotometriya va kalorimetriya usulining mohiyati.

Fotometrik analiz usullarining eng oddiy ko'rinishlaridan biri kalorimetriyadir. Bu usuldan foydalanib turli biologik materiallar yoki metallardan qo'shimcha tarzda bo'ladigan juda oz miqdordagi elementlarni aniqlash mumkin. Elementlarni bu qadar oz miqdorlarini tortma va xajmiy analizning odatdagi usullari bilan amalda aniqlash mumkin emas, chunki ularni eritmadagi kontsentratsiyalari yetarli darajada bo'lishi uchun tegishli moddalardan analizga juda ko'p miqdorda tortib olish kerak bo'ladi. Bunday xollarda kalorimetrik usuldan foydalanib juda tez va aniq natijalar olinadi.

Kalorimetrik analizda aniqlanayotgan ionning eritmadagi rangli birikmasi hosil bo'lishi tufayli paydo bo'ladigan rangning intensivligiga (och, to'qligiga) asoslanib usha ionning miqdori haqida xulosa chiqariladi. Eritmaning

Ortofosfor kislotaning ekvivalenti uning molekulyar massasining 1/3 qismiga, ya'ni $98,04:3=32,68$ ga teng, chunki H_3PO_4 ning har qaysi molekulasida uch molekula NaOH bilan reaksiyaga kirishib, o'zining uchta H^+ ionini Na^+ natriy ioniga almashtiradi.

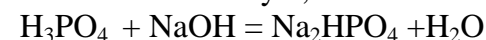
Quyidagi reaksiyada



Fosfor kislotaning ekvivalent massasi molekulyar massasining 1/3 qismiga, ya'ni

$$98,04 : 3 = 32,68 \text{ ga teng.}$$

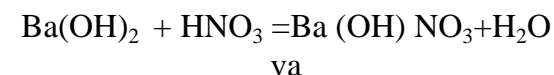
Nixoyat,



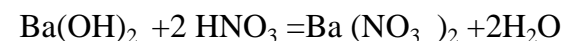
Reaksiyada kislotaning ekvivalent massasi va molekulyar massasiga ya'ni 98,04 ga teng:

Gidroksidlarning ekvivalent massalari ham ularning kimyoviy, reaksiyada ishtirok etish xususiyatiga bog'liq. Odatda ularning ekvivalent massalarini xisoblashda molekulyar massani gruppalar soniga bo'lish kerak.

Quyidagi tenglmani kurib o'tamiz.

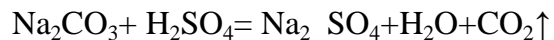


va

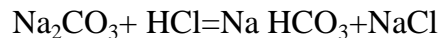


Birinchi xolda $Ba(OH)_2$ ning ekvivalent massasi molekulyar massasiga teng bo'lsa, ikkinchi xolda molekulyar massani ikkiga bo'lish orqali topiladi.

Tuzlarning ekvivalent massasini xisoblashda odatda molekulyar massani metall atomlari soni bilan ularning zaryadlari soni ko'paytmasiga bo'lish kerak. Bu almashinish reaksiyalari uchun tugridir. Ammo kimyoviy reaksiya davomida to'zning xususiyatini bu yerda ham xisobga olish zarur, masalan.



Na_2CO_3 molekulasi ikkita vodorod H^+ ioni bilan taʼsirlashadi, ana shu tufayli natriy karbonatning ekvivalent massasi uning molekulyar massasining $\frac{1}{2}$ qismiga teng. Ammo



Reaksiyada Na_2CO_3 bitta vodorod H^+ ioni bilan taʼsirlashadi, shuning uchun sodaning ekvivalent massasi bilan molekulyar massasiga oʻzaro teng.

3.5. Titrlangan va standart eritmalar.

Titrimetrik usulda ishlatiladigan barcha eritmalar oʻz vazifasiga kura titrlangan va standart eritmalariga boʻlinadi.

Titrlangan eritmalar

Ular analitik tarozida ulchab olingan modda namunasini ulchov kolbasiga utkazish, uni eritish va eritma xajmini kolba belgisiga qadar yetkazish yoʻli bilan tayyorlanadi. Bu xolda tayyorlangan eritmaning titri T namuna massasi (a, g) ni eritma xajmi (V, ml) ga boʻlish bilan topiladi:

$$T = \frac{a}{V}$$

Titrl bilan ifodalangan konsentratsiyadan normal konsentratsiyaga (N) oʻtishda quyidagi formuladan foydalaniladi:

$$N = \frac{T \cdot 1000}{\Theta}$$

Yaʼni eritma titrini 1000 ga koʻpaytirib, erigan modda Ekvivalenti (E) ga boʻlish kerak. Masalan Na_2CO_3 tortimining massasi 0,531: u xajmi 100 ml li ulchov kolbasida eritilganda hosil boʻlgan eritmani titri

7. Molekulalararo oksidlanish qaytarilish reaksiyasiga misollar keltiring?
8. Yodning davriy sistemada tutgan oʻrni?

8-maʼroʻza. MIQDORIY ANALIZNING FIZIKAVIY VA FIZIK-KIMYOVIY USULLARI.

RYEJA:

- 8.1. Fotometriya va kolorimetriya usulining mohiyati.
 - 8.2. Buger-Lambert- Ber konuni va uning fizik mohiyati
 - 8.3. Eritmalarning rangini solishtirish usullari.
 - A) Vizual solishtirish usuli.
 - B) Fotokolorimetrik solishtirish usuli
 - 8.4. Kolorimetriyaning qoʻllanilishi. Fe^{3+} ionini kolorimetrik usulda aniqlash.
- Adabiyotlar: 2,4, 6.**

Tayanch iboralar.

Adsorbtsiya, xemosorbtsiya, kolorimetrik, molekula, ion, eruvchanlik, toʻyingan, katalizator.

Miqdoriy analizning fizikaviy va fizik-kimyoviy usullari

Sifat analizning fizikaviy va fizika ximiyaviy usullari energetika, radiotexnika, radioelektronika, yarim oʻtkazgich va lazerlar texnikasi, maxsus kotishma va ximiyaviy toza moddalar ishlab chiqariladigan sanoat soxalarida katta ahamiyatga ega. Ayniksa texnologik protsesslarni taftish etish va boshqarish borasida elektron xisoblash mashinalari bilan birgalikda miqdoriy analizning fizikaviy va fizika-ximiyaviy usullarining ahamiyati yanada oshadi.

faqat shundan keyin erkin yodni tiosulfat eritmasi bilan titrlash mumkin.

d). Yod suvda kam eruvchan modda bo'lgani uchun oksidlovchilarni yodometrik titrlashda $K_2S_2O_8$ dan ko'proq olishga to'g'ri keladi. Bu tadbir reaksiya natijasida ajralib chikadigan erkin yodning erib ketishiga sabab bo'ladi, chunki yod $K_2S_2O_8$ ga birikib beqaror kompleks $K_2S_2O_8$ (kaliy poliyodid) hosil qilib eritmada qoladi. Aks xolda cho'kmada bo'lar edi:



$K_2S_2O_8I_2$ kompleksning hosil bo'lishi yodni natriy tiosulfat bilan titrlashga xalal bermaydi, reaksiya qaytar bo'lgani uchun erkin yodning tiosulfat bilan reaksiyaga kirishishi muvozanatni chapga tomon siljitadi, eritmada I_2 ning yangi molekullari hosil bo'laveradi.

Nazorat savollari

1. Permanganatometriya usuli uchun kerakli titrlangan eritmalar tayyorlashda dastlabki moddalar sifatida nimalar qo'llaniladi?
2. Oksidlovchilarning yodometrik titrlashning mohiyati nimadan iborat?
3. Yodometrik usulda qaytaruvchilar qanday aniqlanadi?
4. Nima uchun yodometrik titrlashni ishqoriy muhitda olib borish mumkin emas?
5. 0,05 n yod eritmasining titri
 - a) yod bo'yicha
 - b) As_2O_3 bo'yicha
 - v) $HCOH$ bo'yicha
 xisoblansin.
6. $KMnO_4 + FeSO_4 + H_2SO_4 \rightarrow$ reaksiyalarida $KMnO_4$ ning ekvivalenti xisoblab topilsin.

$$T = \frac{0,5312}{100} = 0,005312 \text{ g/ml ga teng}$$

normalligi:

$$N = \frac{0,005312 \cdot 1000}{53} = \frac{5,312}{53} = 0,1002.$$

Demak, titrlangan ishchi eritmalar moddaning aniq ulchab olingan tortimidan foydalanib, tayyorlanadi.

Aniq titrli eritmalar

Standart ishchi eritmalar sifatida mineral kislotalar, ishkorlar, kaliy permanganat, natriy tiosulfat kabi tuzlarning aniq titrli eritmalaridan foydalaniladi. Bu eritmalar standart eritmaga qo'yiladigan talablarga javob bermaydi. Ulardan olingan tortim massasiga kura, aniq konsentratsiyali eritmalarini tayyorlab bo'lmaydi. Masalan sulfat kislota namni kuchli yutadi, tarkibida suvi bo'ladi, va uni yo'qotish juda qiyin

Uchuvchanlik tufayli HCl ning tarkibi ham o'zgarib turadi, uyuvchi ishkorlar esa xavo tarkibidan CO_2 ni va suvni yutib o'z massasini o'zgartirib turadi. SHuning uchun ushbu kislota, ishkori va tuzlarning kerakli konsentratsiyadagi eritmalarini taxminiy tayyorlanadi. Shunga muvofik standart ishchi eritma bilan titrlash orqali tayyorlangan taxminiy konsentratsiyali eritmalarining titri aniqlanadi. Misol uchun NaOH eritmasining normalligini aniqlashda standart ishchi eritma sifatida oksalad kislota eritmasidan, xlorid kislota eritmasi normalligini topishda natriy tetraborat $Na_2B_4O_7$ tuzining standart ishchi eritmasidan foydalaniladi. Demak, titri tortim massasi bilan emas, balki standart modda yordamida aniqlangan eritmalar aniq titrli yoki standartlashtirilgan eritmalar deyiladi. Ishchi eritmalarining konsentratsiyasini aniqlashda standart moddalardan boshqa moddalarni ham

qo'llash mumkin. Masalan. Sulfat kislota eritmasini titrini aniqlashda titri aniq standart modda yordamida belgilangan natriy yoki kaliy gidroksid eritmasidan foydalanish mumkin.

3.9. Titrimetrik analizdagi xisoblashlar

Moddalar doimo bir-biri bilan ekvivalent miqdorda ta'sirlashadi. Hamma xisoblashlarning asosida ana shu konuniyat yotadi.

Titrlash paytida ekvivalent nuqtasiga qadar doimo bir xil ekvivalent miqdorida kislota va asos sarflanadi. O'zaro ta'sirlashuvchi moddalar eritmalarining normalligi bir xil bo'lsa, tabiiyki, sarflangan eritmalarining xajmlari ham o'zaro teng bo'ladi. Xisoblashlarda normal kontsentratsiyani ikki ko'rinishdan foydalaniladi:

Birinchisida, 1l eritmadagi erigan modda ekvivalentlarisidan, ikkinchisida 1ml eritmadagi erigan modda milli-ekvivalentlari sonidan foydalaniladi.

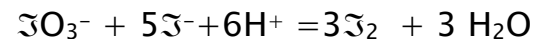
Tayyorlangan eritmalarining kontsentratsiyalarini xisoblash. Tayyorlangan eritmalarining titrini xisoblash uchun tortim massasini olingan eritma xajmiga bo'lish kerak. Eritmaning titri bilan normalligi o'zaro quyidagicha boglangan.

$$T = \frac{N \cdot \vartheta}{1000} \cdot \rho / \text{мл} \text{ yoki } N = \frac{T \cdot 1000}{\vartheta} \cdot \rho_{\text{кв}} / \rho$$

Eritmaning normalligini aniqlashda eritma titrini (T) 1n eritmaning titri (T₁) ga bo'lgan nisbatidan foydalansh ham mumkin:

Masalan, Na₂CO₃ ning tayyorlangan eritmasining titri T = 0,005312 g/ml uning 1n kontsentratsiyali eritmasining titri T₁ = 53,0 : 1000 = 0,5300 g/ml, normalligi: N tayyorlangan Na₂CO₃ eritmasining

$$N = \frac{0,005312}{0,5300} = 0,001002$$



Tenglamadan ko'rinib turibdiki, reaksiya vaqtida H⁺ ionlari sarflanib, ekvivalent miqdorda erkin yod ajralib chikadi. Ajralib chiqqan erkin yod Na₂S₂O₃ eritmasi bilan titrlanadi. Sarf bo'lgan natriy tiosulfat eritmasining normalligi va xajmidan xlorid kislota eritmasining normalligi va titrini xisoblash mumkin. Bu usulning afzalligi shundaki, yuqori darajada indikator-kraxmal eritmasi ishlatilishi tufayli aniq natijaga erishiladi.

Ammo yodometriya usulini qo'llanilish soxasini chegaralab kuyadigan tomonlari ham bor.

a) Yod uchuvchan modda bo'lgani uchun yodometrik titrlash sovuq eritmalarda o'tkaziladi, chunki temperatura ko'tarilganda kraxmalning indikatorlik sifati pasayadi, yod qo'shib ko'kartirilgan kraxmal eritmasi qizdirilganda ko'k (zangori) tus yo'qoladi, sovitilganda esa qaytadan ko'k rang hosil bo'ladi.



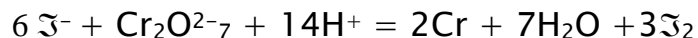
Hosil bo'lgan birikmalar kraxmal bilan ta'sirlashmaydi.

v) Kraxmal yodning asosiy qismini adsorbilaydi. Uni eritmaga juda sekin beradi. Bunga yo'l qo'ymaslik uchun yodni tiosulfat eritmasi bilan titrlayotganda kraxmalni titrlashni tugallash arafasida (eritmaning qo'ng'ir rangi kariyb yo'qolganda. ya'ni Suyuqlik och sarik tusga kirganda) qo'shiladi.

g). Yodometriyaning ba'zi bir reaksiyalari qaytar bo'lib ular oxirigacha bormaydi. Ammo eritmadagi H⁺ ionlari kontsentratsiyasini o'zgartirish yo'li bilan reaksiyani kerakli tomonga yunaltirish mumkin. Masalan H⁺ ionlari kontsentratsiyasini oshirilishi S²⁻ ionlarining S₂ malekulasiga qadar oksidlanish tezligini oshiradi. Agar eritmadagi N⁺ ionlarining kontsentratsiyasi kam bo'lsa kaliy yodid bilan oksidlovchi aralashmasi 10-15 minutga koldiriladi,

H₂O

Yoki



Ajralib chiqqan erkin yod kraxmal ishtirokida natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi.

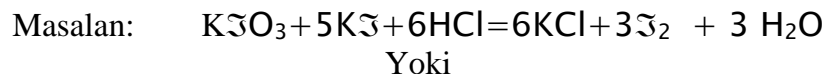


Avval aytilganidek, ajralib chiqqan yodni titrlash uchun sarflangan natriy tiosulfat miqdori oksidlovchining olingan miqdoriga ekvivalentdir. Tekshirilayotgan eritma tarkibidagi oksidlovchining normal kontsentratsiyasi quyidagi formula bilan aniqlash mumkin.

$$N_{\text{OKSID}} = \frac{N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}{V_{\text{OKSID}}}$$

S²⁻ ionini S₂ ga qadar oksidlay oladigan juda ko'p oksidlovchilar ana shu yodometrik usulda aniqlanishi mumkin. Bular qatoriga xlorli oxak tarkibidagi "aktiv" xlorini, tabiiy suv tarkibidagi bromni, mis tuzlari, kotishmalar va rudalar tarkibidagi misni, xromatlar va bixromatlar tarkibidagi xromni marganets birikmalari tarkibidagi marganetsni aniqlashlar kiradi.

SHunday qilib, yodometrik titrlash yo'li bilan qaytaruvchilarni aniqlashda standart eritma sifatida yod eritmasi ishlatiladi, oksidlovchilarni aniqlashda esa ishchi eritma sifatida natriy tiosulfat eritmasi (qaytaruvchilarni teskari usulda titrlash uchun) ishlatiladi. Yodometriya usulidan kislotalarni aniqlashda ham foydalanish mumkin.



0,05300

Aksincha eritmaning normalligini bilgan xolda uning titrini quyidagi formulaga kura xisoblash mumkin.

$$T = N \cdot T_1$$

Bunda $T = 0,1002 \cdot 0,05300 = 0,005312 \text{ g/ml}$.

Standart eritmalarining kontsentratsiyasini xisoblash

Buning uchun dastlab xajmi aniq, lekin normalligi taxminiy bo'lgan eritma tayyorlanadi. So'ngra titrlash yo'li bilan uning aniq normalligi topiladi.

Eritmalarining titrlash uchun sarflanadigan xajmi V₁ va V₂ bilan . normalligi muvofik ravishda N₁ va N₂ bilan belgilansa,

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2 \quad \text{yoki} \quad \frac{V_1}{V_2} = \frac{N_2}{N_1}$$

Undan foydalanib xajm bilan normallik orasidagi ko'paytma har ikkala eritma uchun ham o'zgarmas miqdor ekan deb aytish mumkin.

Ushbu tenglama asosida titrlash protsessi natijalariga kura elementning normalligi xisoblab topiladi.

Nazorat savollari:

1. Xajmiy analiz asosida qanday printsip yotadi?
2. Eritmaning normalligi va titri nima?
3. H₂SO₄ ning 0,25 n eritmasi berilgan. Uning titri topilsin.
Javob :T=0,01225
4. KON eritmasining titri 0,012 g/ml ga teng bo'lsa, bu eritmaning normalligi topilsin.Javob: 0,21
5. Titrlangan va standart eritmalar deb qanday eritmalarini tushunasiz?
6. Aniq titrli eritmalar tugrisida tushuncha bering?
7. Titr, titrdagi xisoblashlar?
8. Molyar va normal eritmalar qanday tayyorlanadi?
9. 0,1n. HCl eritmasini tayyorlang.

10. 0,1M. HCl eritmasini tayyorlang.

4-ma'ro'za. NYEYTRALLASH USULINING NAZARIY ASOSLARI

RYEJA:

- 4.1 Neytrallash usulining mohiyati.
- 4.2. Neytrallash usulida qo'llanadigan indiqatorlar.
- 4.3. Titrlash egri chiziklari.
- 4.4. Titrlash tartibi.
- 4.5. Silosning kislotaligini aniqlash.

Adabiyotlar 1,4, 5.

Tayanch iboralar.

Neytrallanish, indiqator, titr, bura, oksalat, pipetka, proton, fenolftalein, ekvivalent, rN, ishkori, metiloranj.

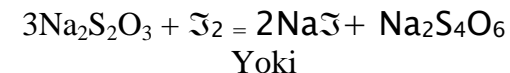
4.1. Neytrallash reaksiyasi.

$H^+ + OH^- = H_2O$ ga asoslangan barcha xajmiy aniqlashlar neytrallash usuliga kiradi. Bu usulda biror kislotaning titrlangan eritmasidan foydalanib, ishkorlarning miqdorini yoki ishkorning titrlangan eritmasidan foydalanib kislotalarning miqdorini aniqlash mumkin. Bu usuldan foydalanib, neytrallash reaksiyasi bilan bog'liq bo'lgan boshqa xajmiy aniqlashlar ham utkaziladi. Masalan, gidrolizlanish natijasida kuchli ishkoriy muxitga ega bo'ladigan va shuning uchun ham kislotalar bilan titrlanadigan Na_2CO_3 va $Na_2B_4O_7$ ga o'xshash ba'zi tuzlarni, suvning qattiqligini, ammoniyli tuzlarni, organik birkmalarni tarkibidagi azotni aniqlash va xokozo.

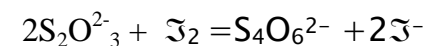
rang paydo bo'ladi. Aksincha ya'ni yod eritmasiga kraxmal ishtirokida qaytaruvchi eritmasidan oz-ozdan qo'shib titrlash ham mumkin. Keyingi xolatda ekvivalent nuqtani aniqlashda eritmaning zangori rangi yo'qolishidan foydalaniladi. Yodometriyani ikki gruppaga ajratish mumkin.

- a) qaytaruvchilarni aniqlash
- b) oksidlovchilarni aniqlash

qaytaruvchilarni aniqlash yodometriyaning amalda keng qo'llanadigan usullaridan biri, masalan, natriy tiosulfat eritmasiga erkin yod ta'sir ettirilganda quyidagicha reaksiya boradi.



Yoki

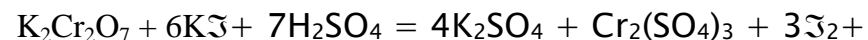


Demak, ikkita $S_2O_3^{2-}$ ionlari I_2 molekulaga bittadan, jami ikkita elektron berib, $S_4O_6^{2-}$ tetratonat ioniga (tetratonat kislotaning anioni) qadar oksidlanadi.

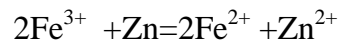
Molekula tarkibidagi yod atomlari ushbu protsessda qaytarilib I^- ionlariga aylanadi. Yod eritmasining normal konsentratsiyasi hamda titrlash uchun sarflangan xajmi ma'lum bo'lsa, analiz qilinayotgan eritma tarkibidagi $Na_2S_2O_3$ miqdorini hisoblab topish mumkin. Yodning ishchi eritmasidan foydalanib boshqa qaytaruvchilarning eritmadagi miqdorini ham aniqlash mumkin.

Masalan. H_2SO_3 , H_3AsO_3 va HNO_3 larning tuzlari erkin H_2S , $SnCl_2$ va boshqa moddalar shular jumlasiga kiradi.

Oksidlovchilarni yodometrik usulda aniqlash usulidan birmuncha fark qiladi. Tekshirilayotgan oksidlovchi eritmasiga mul miqdorda KI eritmasidan qo'shiladi, reaksiya natijasida kislotali muxitda oksidlovchi kaliy yodidan ekvivalent miqdorda erkin yod ajratib chiqaradi:



metallardan yoki ularning amalgamalaridan foydalaniladi.

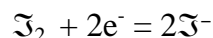


Reaksiyadan ortib kolgan rux metalini eritmani paxta filtridan utkazish yo'li bilan yo'qotish mumkin.

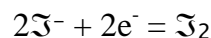
7.5. Yodometriya

Yodometriya usuliga harakteristika

Yod barcha galogenlar singari elektronlarini qabul qiladi, shuning uchun erkin yod KMnO_4 va $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ lardan deyarli kuchsiz oksidlovchi xisoblanadi. (chunki $\mathfrak{I}_2 | 2\mathfrak{I}^-$ juftining standart potentsiali 0,54 V) dir.



Yod \mathfrak{I}^- anionlari esa elektronlarni biriktirib olishga moyil moddalar (oksidlovchilar)ga elektronlarini oson beradi, ya'ni \mathfrak{I}^- anionlari qaytaruvchilar jumlasiga kiradi.



Xajmiy analizning yodometrik usuli erkin yodning yod ionlariga va aksincha yod ionlarining erkin yodga aylanishi bilan bog'liq bo'lgan oksidlanish-qaytarilish protsesslariga asoslangan.

Yodometriya indikator sifatida kraxmal eritmasidan foydalaniladi. Ma'lumki erkin yod kraxmal eritmasini zangori ranga bo'yaydi.

Agar biror qaytaruvchi eritmasi kraxmal ishtirokida yod eritmasi bilan titrlansa, ekvivalent nuqtaga erishilgandan so'ng eritmaga bir tomchi yod eritmasi qo'shilganda barkaror zangori

Neytrallash metodining asosiy ish eritmalari kislota (odat HCl yoki H_2SO_4) va ishqor (NaOH yoki KOH) eritmasidir.

Bu moddalar boshlangich moddalarga qo'yiladigan talablarga javob bermaydi va shuning uchun ulardan ma'lum miqdorda tortib olib, eritish va so'ngra ma'lum xajmgacha suyultirish bilan titrlangan eritmalar tayyorlab bo'lmaydi. Ular eritmalarining titrini titrlash (yoki tortish) yo'li bilan aniqlashga tugri keladi.

Kislotalarning titrini aniqlashda boshlangich modda sifatida, ko'pincha bura $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ yoki soda Na_2CO_3 ishlatiladi. Bu moddalarni qayta kristallga tushirish yo'li bilan formulasiga aniq javob beradigan xolda olish mumkin. Ularning eritmalari yuqorida aytib utilganidek, kuchli ishqoriy muxitga ega bo'ladi va ularni kislotalar bilan titrlash mumkin.

Ishqorlarni titrini aniqlashda ko'pincha oksalat kislota $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yoki kaxrabo kislota $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ dan foydalaniladi. Bu kislotalarning ikkalasi ham qattiq kristall moddadir. Ular ham qayta kristallga tushirilgach formulasiga aniq javob beradigan darajada toza xolda olinadi. Kaxrabo kislota tarkibida kristalizatsiya suvi yo'qligi va saqlanganda kurib kolish xavfi bo'lmaganligi uchun boshlangich modda sifatida ishlatishda oksalat kislotaga nisbatan ancha kulaydir.

Neytrallash reaksiyalarida titrlash jarayonida vodorod ionlarini konsentratsiyasi, ya'ni pH asta-sekin o'zgaradi. Indiqatorlar yordamida neytrallash reaksiyasini ekvivalentlik nuqtasini aniqlash mumkin. So'ngra sarflangan ishchi eritmaning miqdori va uning normalligiga kura tekshirilayotgan eritmadagi aniqlanayotgan birikmaning miqdorini xisoblab topish mumkin. Masalan xlorid kislota eritmasining titrini aniqlash uchun pipetka bilan konsentratsiyasi ma'lum bo'lgan NaOH eritmasidan aniq xajmda (masalan 20 ml) ulchab olinadi va konussimon kolbaga qo'yiladi. So'ngra unga 1-2 tomchi indiqator eritmasidn qo'shiladi. Byuretkaga konsentratsiyasini aniqlash zarur bo'lgan xlorid kislota eritmasi tuldiriladi. So'ngra byuretkadan to ekvivalent xolatiga erishilgncha asta-sekin tochilatib HCl eritmasi qo'yiladi. Shundan keyin NaOH

ishchi eritmaning ma'lum xajmini neytrallash uchun ketgan HCl eritmasi miqdori buyicha xlorid kislota eritasining noma'lum konsentratsiyasi xisoblab topiladi.

Xulosa qilib aytganda, eritmaning konsentratsiyasi titrlash yo'li bilan aniqlashda indiqatorlar muxim ahamiyatga ega. Shuni esdan chikarmaslik kerakki, indiqatorlar har doim ham ekvivalent nuqtada o'z rangini o'zgartiravermaydi, indiqatorning rangi bir oz kechikib o'zgaradi. Agar indiqatorlar tugri talansa, indiqator xatosi eng kam bo'ladi.

4.2. Neytrallash usulida qo'llaniladigan indiqatorlar.

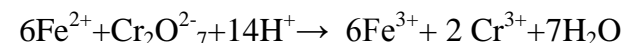
Xajmiy analizning neytrallash usulida asosan metiloranj, lakmus va fenolftalein indiqatorlari nisbatan ko'prok ishlatiladi. Ularning eritmalardagi xususiyatini V. Osvald tomonidan 1894 yilda taklif etilgan indiqatorning ionlanish nazariyasi yordamida tushuntirishi mumkin. V.Osvald nazariyasiga muvofiq indiqator kuchsiz kislota (yoki asos) bo'lib, uning molekulari va molekula dissotsilanishidan hosil bo'lish ionlari bir-biridan fark kiluvchi rangga ega. Shuning uchun ham ular kislota asos indiqatorlar degan umumiy nom bilan ataladi.

Protonlarni biriktirib olish xususiyatiga ega bo'lgan indiqatorlar asosli indiqator deb ataladi. Gidroksil ionlarini biriktirib olish xususiyatiga ega bo'lgan indiqatorlar kislotali indiqatorlar deb ataladi. Eng ko'p qo'llaniladigan indiqatorlardan biri metiloranj bo'lib, u ishqoriy muxitda eritmani sarik kislotali muxitda esa och kizil rangga buyaydi. Agar uning ishtirokida sirka kislotaning 0,1 n. eritmasini NaOH ning 0.1 n. eritmasi bilan titrlansa, CH₃COOH ning 15% eritmasini neytrallashda indiqatorning pushti ranggi tuk sarik rangga o'tadi. Bunda titrlashdagi indiqator xatosi juda katta (85%) bo'ladi. Bunday karaganda analiz natijasini tugri chikarish mumkindek ko'rinadi. Chunki olingan kislotaning 15% ini neytrallashga kancha ishqor sarflanganligi aniq ma'lum bo'lsa, uning 100% ni neytrallash uchun kancha ishqor kerakligini xisoblab topish qiyin emas.

xalal beruvchi Fe³⁺ ionlari fosfat kislota bilan ta'sirlashib juda barkaror rangsiz kompleks birikma [Fe(PO₄)₂]³⁻ hosil qiladi. Natijada Fe³⁺ ionlari oksidlanish-qaytarilish protsessida ishtirok etadi.

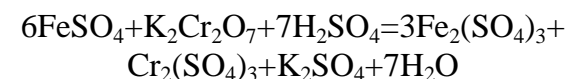
Fe²⁺ miqdorini xromatometrik usulda aniqlash.

Xromatometrik usul bilan Fe²⁺ miqdorini aniqlashda sodir bo'ladigan reaksiyani kuydagicha ifodalash mumkin:

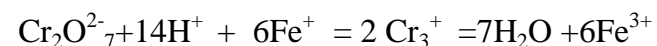


Tekshirilayotgan eritmaga difenilamin indikatoridan aralastiriladi va u bevosita kaliy bixromatning standart eritmasi bilan titrlanadi.

Reaksiya tenglamasi quyidagicha



Ion formada



Titrlanadigan eritmada H₂SO₄ va yig'iluvchi Fe³⁺ ionlarini bog'lash uchun H₃PO₄ qo'shiladi. Fe³⁺ ionlari difenilaminni oksidlangan formaga o'tkazib, ekvivalent nuqtani aniqlashda qiyinchiliklar tug'diradi.

Ruda shilak kotishma va shu singari boshqa moddalardagi temir miqdorini aniqlashda xromatometriyani ahamiyati katta. Bunday moddalar eritilganda temir odatda Fe³⁺ ionlariga o'tadi. Shu sababli titrlashdan avval Fe³⁺ ni Fe²⁺ ga qadar qaytarish kerak. Ko'pincha temirni qaytarishda

eritmadagi baʼzi bir tasodifiy qoʻshimchalarni oksidlamaydi.

Xromatometrik titrlashda indikator sifatida difenilamin ishlatiladi. U bixromatning oz boʻlsa ham ortiqcha miqdori taʼsiridan eritmani koʻk rangga buyaydi.

Difenilamin redoksiindikatorlar (oksidlanish-qaytarilish xususiyatiga ega indikatorlar) jumlasiga kiradi. U kislotali asosli indikatorlardan fark qilib, oksidlanish-qaytarilish sistemasini tashkil etadi. Redoksiindikatorlar qaytarilgan formadan oksidlangan formaga, yoki aksincha oksidlangan formadan qaytarilgan formaga utganda, oʻz rangini oʻzgartiradi.

Indikatorning oksidlangan formasini “O_x” (oks), qaytarilgan formasini “Red” (red) berilayotgan elektronlar sonini esa “n” bilan belgilab indikatorning bir formadan ikkinchi formaga oʻzgarishi quyidagi sxema bilan ifodalanadi:



Har bir redoksiindikator oʻzining oksidlanish-qaytarilish potentsialining aniq son qiymatiga ega boʻladi. U difenilamin indiktori uchun +0,76 v ga teng. Difenilaminning oksidlangan formasi eritmani koʻk rangga buyaydi, qaytarilgan formasi esa rangsiz.

Redoksiindikatorlarga difenilaminidan tashqari natriy difenilamin sulfonad, fenilantranil kislotasi va boshqalar kiradi.

Xromatometrik usulda Fe²⁺ ionini aniqlash mumkin: bunda aniqlash xlorid yoki sulfat kislotali eritmalaridan birida oʻtkaziladi. Agar xlorid- ionlarning eritmadagi konsentratsiyasi 1 mol/l dan katta boʻlmasa. Analiz natijasiga xalal bermaydi. Shuni esda toʻtish kerakki Fe²⁺ tuzlarini titrlash paytida eritmada Fe³⁺ kationlari yigʻiladi, Fe³⁺ | Fe²⁺ juftining oksidlanish-qaytarilish potentsiali ortadi va difenilamin oksidlanadi. Buning okibatida ekvivalent nuqtaga erishilmasdan ilgari eritmada koʻk rang paydo boʻlishi mumkin. Fe³⁺ | Fe²⁺ juftining oksidlanish-qaytarilish potentsialini kamaytirish maksadida eritmada difenilamin va xlorid kislotadan tashqari H₃PO₄ ham qoʻshiladi. Analiz uchun

Maʼlumki, har qanday eritmaga kislotasi yoki ishqor eritmasidan qoʻshilishi undagi H⁺ ionlari konsentratsiyasini, yaʼni pH ning qiymatini oʻzgartiradi. Boshqacha aytganda indikator rangini oʻzgarishi eritma pH ning oʻzgarishiga bogʻliq. Har qaysi indikator oʻzining rang oʻzgarish intervali bilan harakterlanadi. pH ning indikator rangi oʻzgaradigan qiymati urtasidagi oralik, indikator rangining oʻzgarish intervali deyiladi.

Masalan, agar kislotasi eritmasiga 1-2 tomchi fenolftalein tomizib, kislotasi ishqor yordamida sekin neytrallansa, H⁺ ionlari konsentratsiyasi asta-sekin kamayadi, yaʼni eritmaning pH i ortadi.

4.3. Titrlash egri chiziklari. Indikator tanlash

Sulfat kislotasi eritmasi uyuvchi natriy bilan titrlansa, ekvivalent nuqtada muxit, neytral yaʼni pH =7 boʻladi, chunki reaksiyada hosil boʻlgan Na₂SO₄ neytral muxitga ega. Kislotasi va ishqorning ekvivalent miqdorini bir-biriga kushganda hosil boʻlgan toʻz eritmasi, hamma vaqt ham neytral muxitli boʻlavermaydi. Eritmaning ekvivalent nuqtasidagi rN ning qiymati titrlanadigan kislotasi va asoslarning tabiatiga bogʻliq. Aksariyat xollarda titrlash protsessida hosil boʻladigan toʻzning gidrolizlanishiga bogʻliq ravishda ekvivalent nuqtasi kislotali yoki ishqoriy muxitda boʻladi. Ana shunday xollarda titrlashni pH=7 da emas, balki pH < 7 yoki pH > 7 qiymatlarda tugallashga toʻgʻri keladi. Shuning uchun har qaysi xolda shu titrlashning ekvivalent nuqtasi yaqinidagi yoki ekvivalent nuqtasining oʻzidagi rN qiymatlarda oʻz rangini oʻzgartiradigan indikator tanlash muxim ahamiyat kasb etadi.

Xajmiy analizda kuchli va kuchsiz kislotalar kuchli asoslar bilan, kuchli va kuchsiz ishqorlar, kuchli kislotalar bilan titrlanadi. Kuchsiz kislotalarni kuchsiz asoslar bilan (yoki aksincha) titrlash kam qoʻllaniladi, chunki bunda ekvivalent nuqtasida eritmaning pH i keskin oʻzgarmaydi.

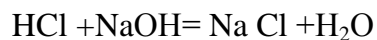
Eritma pH ning titrlash protsessida qoʻshilgan ishchi

eritmaning miqdoriga qarab o'zgarishini grafik tarzida ifodalash mumkin. Hosil qilingan grafik titrlash egri chizigi deb ataladi. Ekvivalent nuqtasi yaqinida unda keskin o'zgarish (sakrash) paydo bo'ladi. Agar 1ta titrlash protsessida bir necha ekvivalent nuqtalar mavjud bo'lsa ularga mos ravishda grafikda ushancha sakrashlar paydo bo'ladi. Indiqatorlarni to'g'ri tanlash uchun titrlash egri chiziklardan foydalaniladi.

Xajmiy analizda qo'llaniladigan titrlashning ba'zi bir ko'rinishlari bilan tanishib chikamiz.

1. Kuchli kislotaning kuchli ishqor bilan (yoki aksincha) titrlash.

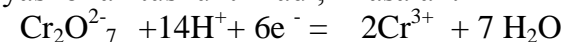
Aytaylik, 0,1 n. HCl eritmasini 0,1n NaOH eritmasi bilan titrlaylik. Xlorid kislotaning har bir molekulasini dissotsilanish natijasida bitta H^+ ioni bergani uchun 0,1.n dastlabki kislotaning 1 litrida vodorod ionlarining umumiy konsentratsiyasi 0,1 yoki 10-1 mol (ion), bunda eritmaning pH i esa 1,0 ga teng bo'ladi. HCl ning 90% i titrlangandan keyin H^+ ionlari dastlabki miqdorining 0,1 qismi, ya'ni 1litrdan 0,01 yoki 10-2 mol (ion) qoladi. Eritma pH i esa 2,0 ga teng bo'ladi. 99% HCl neytrallanganda pH= 3,0 ga, 99,9 % kislota neytrallanganda esa 4,0 ga teng bo'ladi va xokazo. HCl ishqor bilan tulik neytrallangan paytida titrlanayotgan eritmada fakat, NaCl bo'ladi, bunday eritmaning pH i 7 ga teng, chunki natriy xlorid tuzi gidrolizga uchramaydi.



Titrlash egri chizigini yasash uchun abstsissalar ukiga ishchi eritma NaOH ning ekvivalent massasiga nisbatan olingan protsent miqdorlari: ordinatalar o'qiga esa pH qiymatlari qo'yiladi.

1-rasmdan ko'rinib turibdiki, titrlashning boshida NaOH eritmasining 90% i xlorid kislotaga qo'shilganda pH qiymati juda kam o'zgaradi; kolgan 10% eritma qo'shilganda ya'ni

boradigan oksidlanish reaksiyalarga asoslanadi. Bixromat ionining oksidlovchilik xususiyati uning tarkibidagi oksidlanish darajasi oltiga teng bo'lgan xromning (ya'ni $Cr_2O_7^{2-}$ ning) ioniga o'tishi reaksiyasi bilan tushuntiriladi, masalan:



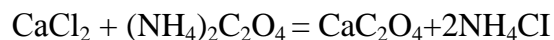
Bu tenglamadan ko'rinib turibdiki agar oksidlovchi sifatida $K_2Cr_2O_7$ ishlatilsa uning ekvivalent massasi molekulyar massasining 1/6 qismiga teng, ya'ni $294,20 : 6 = 49,03$ g ga teng bo'ladi. $Cr_2O_7^{2-}$ anioni Cr^{3+} ioniga qadar qaytarilganda H^+ ionlari sarf bo'ladi, shuning uchun xromatometrik titrlash kislotali muxitda olib boriladi.

$Cr_2O_7^{2-} | 2Cr^{3+}$ juftining standart oksidlanish-qaytarilish potentsiali (+1,36 v) $MnO_4^- | Mn^{2+}$ juftining standart oksidlanish-qaytarilish potentsiali (+1,51v) dan bir oz kichik. Bu xol shu qadar muximki Cl^- ionlarining oksidlanishidan chuchimasdan xlorid kislotali muxitda bixromat ioni bilan titrlay olamiz, chunki $Cl_2 | 2Cl^-$ juftining standart oksidlanish-qaytarilish potentsiali (+1,36B) $Cr_2O_7^{2-} | 2Cr^{3+}$ juftinikiga teng. Lekin HCl ning konsentratsiyasi 2 n dan ortiq bo'lsa, yoki eritma kaynatilsa, bixromat ioni xlor ionlarini oksidlab erkin Cl_2 molekulasiga o'tkazadi..

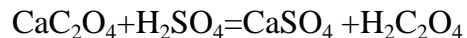
Xromatometriya permanganatometriyaga nisbatan ba'zi bir afzalliklarga ega.

Suvdagi eritmada qayta kristallash va 150-1600 S temperaturada kuritish yo'li bilan $K_2Cr_2O_7$ formulaga muvofiq keladigan ximiyaviy toza preparat tayyorlash mumkin. Shuning uchun aniq ulchab olingan tortim bo'yicha ximiyaviy toza bixromatdan, uni suvda eritib, kerakli konsentratsiyadagi titrlangan eritma tayyorlash mumkin.

$K_2Cr_2O_7$ eritmasi og'zi berk idishda saqlanadi. Kislota qo'shilgan kaliy bixromat eritmasi xatto kaynatilganda ham parchalanmaydi. Shuning uchun bixromat eritmasi o'zok saqlanganda ham uning titri o'zgarmasdan qoladi. Kaliy bixromat organik moddalar ta'siridan kaliy permanganatga nisbatan qiyinrok qaytariladi. Shu sababli kaliy bixromat



Hosil bo'lgan CaC_2O_4 cho'kmasi filtrlab eritmadan ajratiladi, yuviladi. So'ngra cho'kma suyultirilgan sulfat kislotaning kaynok eritmasi bilan qayta ishlanadi. Bunda kaltsiyning miqdoriga ekvivalent miqdorida oksalat kislotaga eritmaga o'tadi.



Eritmadagi oksalat kislotaga kaliy permanganatning standart eritmasi bilan titrlanadi:



Xisoblashlar paytida oksalat kislotani ekvivalent massasi uning molekulyar massasining yarmiga, Ca^{2+} niki esa, atomi 20.04 ga teng ekanligini xisobga olish zarur.

Analiz natijasi kaltsiy oksalat cho'kmasini tulik yuvishga bog'liq. Agar cho'kma tarkibida ammoniy oksalat $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ bo'lsa, undagi $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ionlari miqdori ham ekvivalent miqdorda kaliy permanganat sarflanishiga olib keladi, natijada kaltsiyning aniqlangan miqdori eritmadagi kaltsiyning haqiqiy miqdoridan ko'p bo'ladi. Bundan tashqari kaltsiy oksalat xatto sovuq suvda ham eriydi, shuning uchun cho'kmani suv bilan yuvmaslik kerak. Shuningdek kaltsiy oksalatning sulfat kislotaga bilan tulik parchalanishiga eritish ham zarur, buning uchun sulfat kislotadan bir oz ko'proq olish kerak.

7.4. Xromatometriya.

Uning umumiy harakteristikasi.

Xromatometriya metodi bixromat ioni ta'sirida

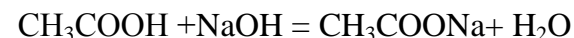
ekvivalent nutkasiga yakinlashgani sari pH qiymati keskinroq ortadi. Bu nuqtada egri chizik pasayadi. Bu xol xlorid kislotaning hammasi neytrallanib bo'lganini Ko'rsatadi. Shundan keyin NaOH eritmasi qo'shilganda pH qiymati avval keskin, so'ngra sekin o'zgaradi.

1-Rasmdan ko'rinib turibdiki, HCl va NaOH eritmalarining konsentratsiyasi 0,1 mol bo'lganda pH qiymati ekvivalent nuqtasida 4,0 dan 10,0 gacha o'zgaradi.

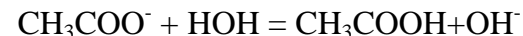
NaOH ishchi eritmaning miqdori

1-rasm. Kuchli kislotani kuchli ishqor (yoki aksincha) bilan titrlash egri chizigi, Ko'rsatishicha, rang o'zgarish soxasi rN ning 4,6 dan 10,0 gacha bo'lgan indiqatordan, chunonchi, metiloranj, metil kizil, neytral-kizil, lakmoid va fenoltaleindan indiqator sifatida foydalanish mumkin. Ulardan foydalanilganda titrlashdagi xato 0,2 % dan oshmaydi, ya'ni analizda yo'l qo'yiladigan xatolar uncha katta bo'lmaydi.

1. Kuchsiz kislotani kuchli ishqor bilan yoki kuchli kislotani kuchsiz ishqor bilan titrlash. Kuchsiz kislotani kuchli ishqor bilan va aksincha titrlashda



Ekvivalent nuqtada muxit reaksiyasi CH_3COONa ning gidrolizlanishi tufayli ishqoriy bo'ladi:



Titrlash egri chizigida sakrash intervali $\text{pH}=7,8$ dan boshlanadi (2-rasm) va $\text{pH}=10,0$ da tugallanadi.

NaOH ishchi eritmaning miqdori

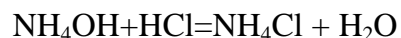
2-rasm. Kuchsiz kislotani kuchli ishqor (yoki aksincha) bilan titrlash egri chizig'i.

Ekvivalent nuqtasi ishqoriy muxitda ($\text{pH}=8,9$). Bu xolda pH

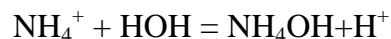
=7,0 da o'z rangini o'zgartiradigan indiqatorlar ishlatish kerak. Titrash Ko'rsatkichi (ya'ni indiqator o'z rangini o'zgartiradigan PH) pT=9 ga teng bo'lgan fenolftalein shunday indiqatoridir. Masalan 0,1 n CH₃COOH eritmasi 0,1 NaOH eritmasi bilan titrlanganda ekvivalentlik paytida pH i 8,8 bo'lgan 0,1 n CH₃COONa eritmasi hosil bo'ladi. Bu fenolftaleinning pH titrlash Ko'rsatkichiga deyarli to'g'ri keladi. Timolftolein ham ana shunday maksadda ishlatilishi mumkin.

Bu yerda metiloranj va metil-kizil indiqatorlarini ishlatib bo'lmaydi, chunki ularning titrlash Ko'rsatkichi titrlash egri chizig'idagi sakrash intervaliga kirmaydi. Titrash Ko'rsatkichi 4 ga bo'lgan metiloranj qo'llanilganda titrlash xatosi 50 % atrofida bular edi.

Kuchsiz asosni kuchli kislota bilan yoki kuchli asosni kuchsiz kislota bilan titrlash. Kuchsiz asosni kuchli kislota bilan aksincha titrlaganda ekvivalent nuqtasida muxit reaksiyasi kislotali bo'lib, bunday eritmaning pH i 7 dan kichik bo'ladi:



Hosil bo'lgan to'zning gidrolizlanishi natijasida eritmadagi H⁺ ionlarining konsentratsiyasi ortadi:



Bu xolda titrlashni kislotali muxitda tugallash kerak, chunki pH qiymatining sakrashi 4 dan 6,2 gacha bo'lgan chegarada yotadi, ekvivalent nuqtasi esa rN =5,1 bo'ladi. (3 -rasm).

Bu yerda o'z rangini pH<7,0 da o'zgartiradigan indiqatorlarga qo'llaniladi. Ko'prok to'g'ri keladigan indiqatorlar metiloranj va metil-kizildir. Masalan 0,1 n NH₄OH eritmasini 0,1 n HCl eritmasi bilan titrlaganda ekvivalent nutkasida pH ning qiymati 5,12 ga teng bo'lgan 0,1 n NH₄Cl eritmasi hosil bo'ladi. Bu metiloranj bilan metil-kizil ning

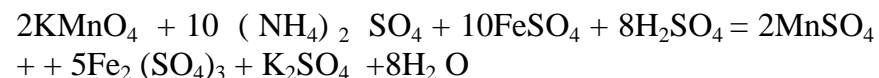
yordamida boshqa idishga olish kerak.

Kaliy permanganat eritmasini korongi joyda yoki qoramtir shisha idishlarda saqlash zarur, chunki kaliy permanganatning parchalanish reaksiyasi yorug'lik nuri ta'sirida tezlashadi:



Fe²⁺ ionining eritmadagi miqdorini aniqlash

Permanganometriyaning muxim qo'llanishlaridan biri Fe²⁺ ionining eritmadagi miqdorini aniqlashdir. Mor tuzi (NH₄)₂SO₄ • Fe SO₄ • 6H₂O tarkibidagi Fe²⁺ ioni miqdorini aniqlashni ko'rib chikamiz. Bu aniqlash mohiyati temir (II) – tuzini KMnO₄ eritmasi bilan titrlashda FeSO₄ ning oksidlanib, temir (III) - tuziga aylanishiga asoslangan:



Ma'lum xajm Mor tuzi eritmasini titrlash uchun qancha permanganat eritmasi sarf bo'lganligi ma'lum bo'lgandan so'ng KMnO₄ eritmasining normaligidan foydalanib, tekshirilayotgan eritmada qancha Fe²⁺ ioni borligi aniqlash mumkin.

7.3. Oksidlanish –qaytarilish protsessida ishtirok etmaydigan ionning miqdorini aniqlash.

Ca²⁺ kationi o'zida mavjud elektronlarni beraolmaydi, ya'ni qaytaruvchi emas, boshqacha aytganda kaliy permanganat tuzi bilan ta'sirlasha olmaydi. Shuning uchun eritmadagi kaltsiyning miqdorini usha eritmani to'g'ridan to'g'ri permanganat eritmasi bilan bevosita titrlab aniqlash mumkin.

Tekshirilayotgan eritmadagi Ca²⁺ ionlari oksalat kislota ta'sirida tulik cho'ktiriladi (tortma analizdagi singari):

qo'ng'ir cho'kma MnO_2 (aniqrog'i $Mn(OH)_2$) hosil bo'ladi. Bu cho'kma ekvivalent nuqtani topishga xalal beradi. Shunga kura xajmiy analizda ko'pincha permanganat bilan oksidlashga asoslangan analiz kislotali muxitda olib boriladi.

7.2. Permanganometriyaning qo'llanilishi.

Kaliy permanganatning ishchi eritmasini tayyorlash.

Kaliy permanganat bilan titrlashda indikator ishlatilmaydi. Uning 0,01 n konsentratsiyali eritmasining bir tomchisi titrlash oxirida 50 ml. eritmani aniq ravshan pushti rangga buyaydi. Shuning uchun 0,1 n eritmadagi foydalanishga zarurat yo'q. Analiz uchun kaliy permanganatning 0,02 n eritmasi ishlatiladi.

Reaktiv sifatida chikarilgan $KMnO_4$ toza bo'lmaydi, uning tarkibida qaytarilish maxsulotlari, masalan MnO_2 bo'ladi. Buning natijasida tayyorlangan $KMnO_4$ eritmasida $KMnO_4$ ning konsentratsiyasi bir oz kamayadi.

Xulosa qilib aytganda, $KMnO_4$ dan aniq miqdorda tortib olish yo'li bilan permanganatning titrlangan eritmasini tayyorlab bo'lmaydi. Tayyorlab qo'yilgan kaliy permanganat eritmasining titrini 7-10 kundan keyin aniqlagan ma'qul.

$KMnO_4$ eritmasi barkaror, uning titri o'zgarmasligi uchun permanganat tarkibidagi qo'shimchalar, shuningdek $KMnO_4$ ning qaytarilish maxsuloti MnO_2 lardan iborat cho'kmani eritmadan ajratish kerak. Aks xolda MnO_2 katalizator bo'lib, $KMnO_4$ ning parchalanishining tezlashtiradi. Yana shuni nazarda to'tish kerakki. Kaliy permanganat rezina, tikin, kogoz va shunga o'xshashlarni oksidlab yemiradi. Shuning uchun $KMnO_4$ eritmasini ana shunday buyumlarga tegizmaslik kerak. Masalan, $KMnO_4$ eritmasini qog'oz filtr orqali filtrlash mumkin emas, buning uchun shishadan yasalgan filtr voronkalardan foydalanib yoki MnO_2 cho'kmasi ustidagi eritmanisifat

titrlash Ko'rsatkichlariga deyarli mos keladi.

4. Kuchsiz asos bilan kuchsiz kislotalarni titrlash.

Kuchsiz kislota eritmasini kuchli ishqor eritmasi bilan titrlashda olingan titrlash egri chizig'ining sakrash intervalida pH ning kislotali muxitga mos keluvchi qismining kiskarishini ko'zatkid. Aksincha kuchsiz asosni kuchli kislota eritmasi bilan titrlashda sakrash intervalida pH ning ishqoriy muxitga to'g'ri keluvchi qismining kiskarilishi ko'zatkiladi.

Kuchsiz kislota, kuchsiz asos bilan neytrallanganda sakrash intervalining ham kislotali, ham ishqoriy muxit tamonlardan kiskarishini ko'zatkish mumkin. Buning natijasida titrlash egri chizig'idagi pH ning sakrash intervali deyarli yo'qoladi.

4.4. Titrlash tartibi

Xajmiy analizning neytrallash metodi bilan analiz kilganda aniq natijalar olish uchun faqat indikatorni to'g'ri tanlash kifoya emas, balki titrlashni ma'lum tartib bilan utkazish ham muxim ahamiyatga ega.

Neytrallash metodida titrlashni "kislotadan ishqorga tomon" ya'ni, kislota eritmasiga byuretkadan ishqor kuyish yo'li bilan yoki, aksincha, "ishqordan kislotaga tomon" olib boriladi. Agar metiloranj (yoki metil-kizil) indikator qo'llanilsa bu xolda titrlash "ishqordan kislotaga tomon tartibda" olib boriladi, ya'ni ishqor eritmasi byuretkadagi kislota bilan titrlanadi. Bunda indikator metiloranjni sarik rangi pushti tusga o'tadi.

Ekvivalent nuqtasida metiloranjning rangi och pushti bo'ladi. Sarik rangdan pushti rangga utish, pushti rangdan sarik ranga utishga nisbatan ko'zga yaxshiroq ko'rinadi. Fenoltaleindan indikator sifatida foydalanilganda "kislotadan ishqorga tomon" tartibida titrlash kulaydir, chunki bunda rangsiz indikator olcha rangga kiradi.

Ekvivalent nuqtasini puxtarok aniqlash uchun titrlash

“guvox” ishtirokida olib boriladi.”Guvox“ eritma tayyorlash uchun boshqa konussimon kolba olinib, unga titrlash oxiridagi eritma xajmiga teng miqdorda distillangan suv olinadi, 1 tomchi indikator va byuretkadan 1-2 tomchi NCl eritmasi qoʻshiladi. “Guvox” eritma juda och, ammo sezilarli pushti rangga ega boʻlishi kerak.

Tayyorlangan “guvox” eritmadan titrlanadigan eritmadagi rangning oʻzgarishini sezib olishda foydalaniladi, bunda titrlanayotgan eritma bilan “guvox” eritmaning rangi bir xil boʻlishiga erishish zarur.

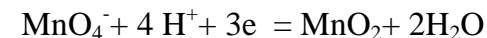
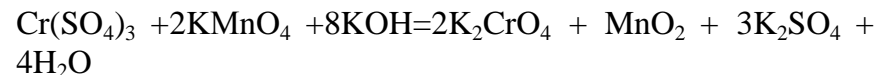
Ekvivalent nuqtasini toʻgʻri aniqlash qoʻshilgan indikator miqdoriga ham bogʻliq. Koʻp indikatorlar kislota yoki asoslardir, ularni titrlanayotgan eritmaga koʻp miqdorda qoʻshish, analiz xatosini oshirish mumkin, chunki tekshirilayotgan eritmaning bir qismi indikator bilan boʻladigan reaksiya uchun sarflanadi. Shuning uchun indikatorni katʼiy Koʻrsatilgan miqdorda qoʻshish shart.

10-15 ml. Analiz qilinayotgan eritmaga 1 tomchi, 25 ml ga esa 2 tomchidan koʻp indikator olmaslik kerakligi amalda isbotlangan.

4.5 Silosning kislotaliligini aniqlash.

Silosning kislotaliligi siloslangan ozukaning sifatini belgilovchi eng muxim Koʻrsatkichlardan biri xisoblanadi. Silosning kislotaliligi 100 g silos tarkibidagi sut kislota $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COOH}$ ga aylantirib xisoblangan kislotalarning grammlarda ifodalangan miqdori bilan belgilandi. Silos tayyorlash sut kislotali bijgishga asoslangan. Yuqori sifatli siloslangan ozukada maʼlum miqdorda sut kislota yigiladi. U silos tarkibida boshqa uchuvchan kislotalarga (chumoli kislota HCOOH , sirka kislota CH_3COOH , propion kislota $\text{C}_2\text{H}_5\text{COOH}$ va boshqalarga) karaganda koʻp miqdorda yigiladi. Silosda moy kislota 0,01 protsentga yaqin miqdorda boʻlsa ham bu silosning chiriy boshlaganidan darak beradi. Bunday silos oʻzining ozuka sifatini yoʻqotadi. Sifatli

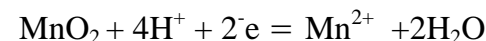
(aniqrogʻi $\text{MnO}(\text{OH})_2$) hosil boʻladi.;



Demak KMnO_4 ning ushbu reaksiyaga toʻgʻri keluvchi ekvivalent massasi kislotali muxitdagiga karaganda boshqacharok boʻladi:

$$\Theta = \frac{M}{3} = \frac{158,04}{30} = 52,68z$$

Reaksiyaning kislotali va ishqoriy muxitda turlicha borishining sababi Mn^{2+} ionlari bilan marganets (1Y)-oksid MnO_2 quyidagi sxemaga muvofiq bir-biriga oʻtib turadi:



Tenglamadan koʻrinib turibdiki, eritmadagi H^+ ionlarining konsentratsiyasi ortishi bilan MnO_2 va Mn^{2+} orasidagi muvozanat Mn^{2+} ionlari hosil boʻlish tomoniga siljiydi. Shuning uchun agar biror modda kislotali muxitda permanganat ionlari taʼsiridan oksidlanib, dastlab MnO_2 hosil kilgan boʻlsa ham eritmada H^+ ionlarining konsentratsiyasi yuqori boʻlgani uchun MnO_2 darhol Mn^{2+} ionlarga qadar qaytariladi.

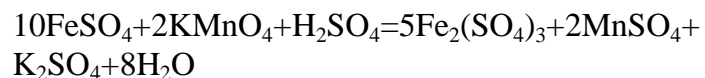
Aksincha, H^+ ionlarining konsentratsiyasi kichik boʻlsa, reaksiyaning muvozanati MnO_2 hosil boʻlish tomoniga siljiydi. Bundan tashqari, titrlash kislota ishtirokida boshlanadi, ammo kislota miqdori reaksiya uchun yetarli boʻlmagan hollarda ham MnO_2 hosil boʻlaveradi.

Ikkala muxitdagi titrlash oʻzaro takkoslanganda kislotali muxitdagi titrlash afzal ekanligi yakkol koʻrinadi. Kislotali muxitda titrlash natijasida eritmada qoladigan rangsiz Mn^{2+} ionlari hosil boʻladi, lekin ishqoriy yoki neytral muxitda toʻq

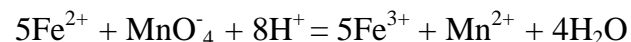
7.1. Permanganometriya usuli haqida tushuncha

Permanganometriya usuli permanganat ioni bilan oksidlash reaksiyalariga asoslangan. Oksidlanishni kislotali muhitda ham ishqoriy (yoki neytral) muhitda ham olib borish mumkin.

Oksidlanish kislotali muhitda olib borilsa KMnO_4 dagi marganets qaytarilib, Mn^{2+} kationini hosil qiladi va natijada reaksiya uchun olingan kislotaga koldigining Mn^{2+} kationli tuzi hosil bo'ladi. Masalan. Qaytaruvchi sifatida FeSO_4 olib oksidlanish sulfat kislotali muhitda olib borilsa quyidagi reaksiya amalga oshadi:



Reaksiyaning ionli tenglamasi:



Marganets oksidlanish darajasining yettidan ikkiga kamayishi MnO_4^- ionining beshta elektron birlashtirib olishini ko'rsatadi. Buni quyidagi tenglamadan ko'rish mumkin:



Demak, KMnO_4 ning bu reaksiyadagi ekvivalent massasi quyidagicha topiladi:

$$\vartheta = \frac{M}{5} = \frac{158,04}{20} = 31,612$$

Agar oksidlanish ishqoriy yoki neytral muhitda olib borilsa, marganets yetti valentlikdan turt valentlikkacha qaytariladi va qo'ng'ir cho'kma-marganets (1U-oksidi) MnO_2

siloslangan ozukada asosan 2 xil kislotaga sut va sirka kislotaga yigiladi. Agar silosda sut kislotaga ko'prok va u miqdorining sirka kislotaga nisbati 4 :1 yoki 3: 1 bo'lsa, bunday silos sifatli xisoblanadi. Agar bu nisbat 1:1 (yoki 2:1) bo'lsa bu silosdan ozuqa sifatida foydalanish mumkin emas. Silosning sifatini aniqlash uchun undagi umumiy kislotalilikni, uchuvchan hamda uchuvchan bo'lmagan kislotalar miqdorini aniqlash kerak.

Nazorat savollari

1. Neytrallash usulining mohiyati nimadan iborat?
2. Neytrallash usulida qanday indikatorlardan foydalanamiz?
3. Titrash egri chiziklari to'g'risida nimalarni bilasiz?
4. 0,01 n HCl , 0,1 n NaOH bo'lgan eritmalar uchun pH larni xisoblang.
5. 500 ml eritmada 4,9 g H_2SO_4 bor. Uning titri topilsin?
6. 400 ml eritmada 4,9 g H_3PO_4 bor Uning normalligi topilsin?
7. Indikator va ularni kislotaga va asoslarga ta'sirini aytib bering?
8. Tuzlarning gidrolizi.
9. Kation va anion buyicha gidrolizga misollar keltiring.
10. Silosning kislotaliligi qanday qilib aniqlanadi?

5-ma'ro'za. KOMPLYEKS BIRIKMALAR HOSIL BO'LISHIGA VA CHO'KTIRISHGA ASOSLANGAN USULLAR.

RYEJA:

- 5.1. Komplekssonometriya usulining mohiyati.
- 5.2. Komplekssonometriyaning qattiqligini aniqlash.
 - a) Tabiiy suvning umumiy qattiqligini aniqlash
 - b) Kaliyli o'g'itlar tarkibidagi qo'shimcha magniy miqdorini aniqlash.
- 5.3. Cho'ktirishga asoslangan usullar.

- a) Argentometriya
b) rodanometriya
- 5.4. Namuna tarkibidagi xlor miqdorini rodanometrik usulda aniqlash.

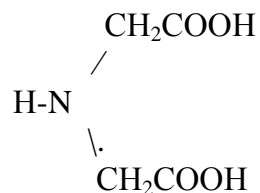
Adabiyotlar 1,2,3.

Tayanch iboralar.

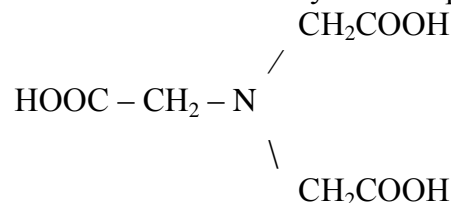
Kompleksometriya, suvning qattiqligi, argentometriya, rodanometriya, trilon-B, mureksid, erioxrom, silvinit, barkaror, bekaror, sut kislotasi.

5.1. Kompleksonometriya usulining mohiyati

Miqdoriy analizda qo'llanadigan bu usul aniqlanadigan ion va kompleks hosil kiladigan boshqa ion, bilan barkaror kompleks birikma hosil qilish reaksiyalarga asoslangan. Kompleksonlar – organik birikma tabiatli moddalar bo'lib, ular aminopolikarbon kislotalarning hosilalaridir. Kompleksonlarning eng birinchi vaqili iminodisirka kislotadir:



Titrimetrik analizda ko'p qo'llaniladigan kompleksonlarga: nitrilotrisirka kislota ya'ni komplekson I,



Etilen diaminotetrasirka kislota yoki komplekson II

- reaktsiyalari orasida qanday fark bor?
- Oksidlash potentsiali nimadan iborat?
 - Oksidlanish-qaytarilish indikatorini nimadan iborat? Bu indikatorlar rangi qanday kimyoviy protsesslar natijasida o'zgaradi?
 - Oksidlanish qaytarilish reaksiyalarning tezliklari qanday faktorlarga bog'liq?
 - Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarning bir- necha oralik bosqichlardan o'tishini qanday muloxazalar bilan isbotlash mumkin?
 - Birlamchi oksidlar hosil bo'lish nazariyasi nimadan iborat?
 - Yondosh oksidlanish xodisasi nima?
 - Gomogen kataliz nima? Misollar keltiring?
 - Eng muxim oksidlovchilar?
 - Eng muxim qaytaruvchilar?

7-ma'ro'za. OKSIDLANISH - QAYTARILISH RYEAKTSIYALARIGA ASOSLANGAN TITRIMYETRIK ANALIZ USULLARI.

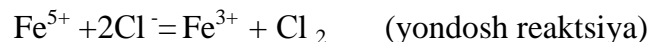
RYEJA:

- Permanganometriya usulining mohiyati.
- Permanganometriyaning qo'llanilishi.
- Oksidlanish-qaytarilish protsessida ishtirok etmaydigan ionning miqdorini aniqlash.
- Xromometriya usulining asosiy tushunchasi.
- Yodometriya.

Adabiyotlar 1,2,3.

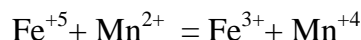
Tayanch iboralar.

Ekivalent nuqta, neytral muxit, ishqoriy muxit, difenilamin, galogen, atom, tarkib, asos, amforter, mortuzi, alyuminon, gips, faurgolte reaktivi, Nessler reaktivi.

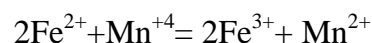


Ana shuning uchun ham Fe^{2+} permanganft bilan titrlaganda Cl_2 hosil bo'ladi. Titrlash ikki valentli marganets tuzi. Masalan

MnSO_4 ishtirokida olib borilsa Cl^- ionlari Cl_2 ga oksidlanishidan ximoya qilinadi, Mn^{2+} ionlarining roli shundaki, ular birlamchi oksid ta'siridan Cl^- ionlariga nisbatan oson oksidlanadi. Shuning uchun Mn^{2+} ionlari ishtirokida yuqoridagi yondosh reaksiya urniga quyidagi reaksiya boradi.



Bu reaksiyada xato bo'lmaydi. Chunki hosil bo'lgan Mn^{4+} ionlari xlordan fark qilib eritmadan chikib ketmaydi va darhol o'ziga ekvivalent miqdoridagi Fe^{2+} ni oksidlaydi.



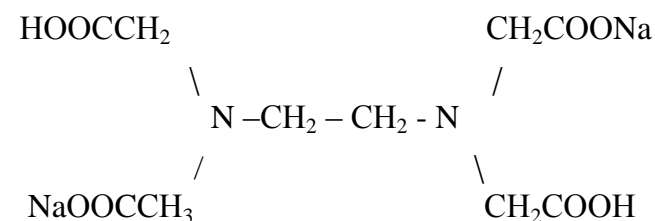
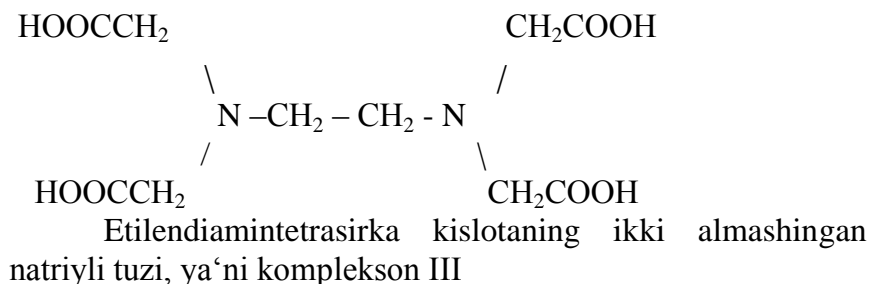
Demak, ikki valentli marganets tuzlari ishtirokida ikki valentli temirni xlorid kislotali muxitda ham permanganat bilan titrlash mumkin. Bu temir rudalari va shunga o'xshash moddalarni analiz qilishda juda katta amaliy ahamiyatga ega.

Neytrallash usulini urganishda kuchli va kuchsiz kislotalar, kuchli va kuchsiz asoslar kabi butun bir gruppada birikmalar bilan ish kuriladi. Bunda ayni ishqor eritmasini kuchli kislotalarning qaysi biri bilan (HCl , H_2SO_4 yoki HNO_3) titrlashning hech qanday farki yo'q, shuningdek NaOH , KOH , $\text{Ba}(\text{OH})_2$ kabi kuchli ishqor eritmalarini bir-birini urniga ishlatish mumkin.

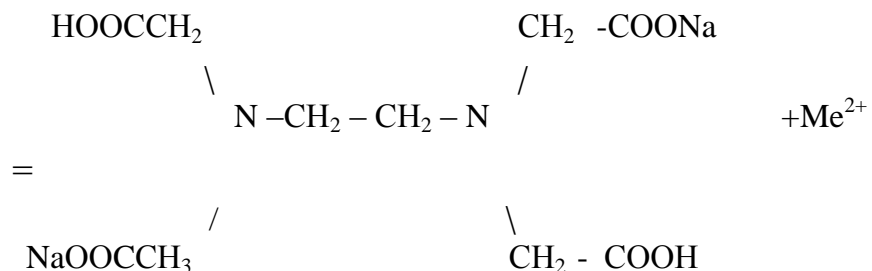
Lekin oksidlanish-qaytarilish usulida bir oksidlovchi yoki qaytaruvchi urniga ikkinchi oksidlovchi yoki qaytaruvchini ishlatish mumkin emas. Ularning har biri o'z xususiyatlarga ega.

Nazorat savollari.

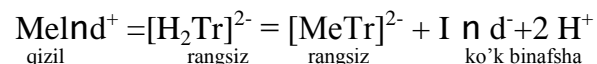
1. Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari bilan almashinish



Komplekson III agrokimyoviy analizlarda ko'p ishlatiladi, oddiyroq bo'lsin uchun ba'zan trilon B yoki kiskacha $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Tch}$ deb ataladi. Bu kuchsiz kislota xossalariga ega, suvda oson eriydigan va organik erituvchilarda erimaydigan ok kristall modda. $\text{Na}_2\text{H}_2\text{T}$ ch ko'p kationlar bilan barkaror ichki kompleks birikmalar hosil kiladi. Bu birikmalarda metall ioni karboksil gruppadagi vodorod atomining urnini egallaydi va koordinatsion boglar orqali komplekson III tarkibidagi azot bilan boglanadi. $\text{Na}_2\text{H}_2\text{T}$ ch bilan ikki zaryadli kation Me^{2+} orasidagi kompleks hosil bo'lish reaksiyasining tenglamasi quyidagicha:



eritma ko'k binafsha tus oladi:

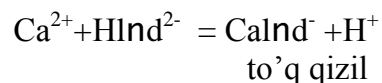


Indikator rangining o'zgarishi samarali bo'lsin uchun, eritmaga kuchli ishqoriy muxit hosil qilish uchun (pH > 12) ga teng bo'lgan uyuvchi natriy qo'shiladi. Buning uchun mureksidning suvdagi yangi tayyorlangan to'yingan eritmasidan foydalaniladi. Ba'zan 1g mureksid va 100 g kimyoviy toza natriy xlorid o'zaro aralastirilib tayyorlangan kurik aralashma ham ishlatiladi. Agar metall ionini aniqlash uchun ekvivalent nuqtada rangini o'zgarishi aniq seziladigan indikator noma'lum bo'lsa, u xolda kompleksion bilan bevosita titrlashni teskari titrlash bilan almashtirish mumkin. Shuningdek, sharoitga qarab urin bosarini titrlash, alkalimetrik titrlash usullaridan ham foydalaniladi.

5.2. a). Tabiiy suvning umumiy qattiqligini aniqlash.

Tabiatda toza suv uchramaydi, uning tarkibida qandaydir moddalar aralashgan bo'ladi. Suvning qattiqligi- Ca^{2+} va Mg^{2+} ionlari bo'lishi bilan bog'liq xoldagi xossalar yig'indisidir. Agar bu ionlarni konsentratsiyasi katta bo'lsa, suv qattiq, agar kam bo'lsa yumshok suv deyiladi. Suvning qattiqligini kompleksometrik titrlash yo'li bilan aniqlash agrokimyoviy va texnik analizlarda ko'p qo'llaniladi.

Tabiiy suvning qattiqligi 1 l suvdagi kaltsiy va magniy ionlarini milli gramm- ekvivalentlari soni yig'indisiga teng. Tekshirilayotgan suvga ammoniylik bufer eritma qo'shish bilan uning muxiti pH = 10 ga yetkaziladi. Indikator vazifasini "qora erixrom T" bajaradi, Ca^{2+} va Mg^{2+} ionlari bilan to'q qizil rangli suvda eruvchan komplekslar hosil qiladi.



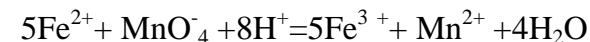
tufayli reaksiyaga tezlashadi chunki yuqorida keltirilgan oralik boskichlar (qizdirish bilan) juda tez boradi.

SHuni nazarda to'tish kerakki, yuqorida kurib utilgan reaksiya maxsulotlaridan biri ikki valentli marganets tuzi bo'lib u reaksiyani tezlatadi. Bunday reaksiyalar avtokatalitik reaksiyalar deyiladi. Agar oksalat kislotaga eritmasiga avval MnSO_4 qo'shilmasa, kislotaga qo'shilgan kaynok oksalat kislotaga eritmasini permanganat bilan titrlashda permanganatning dastlabki tomchilari nixoyatda sekin rangsizlanadi. Lekin ozgina Mn^{2+} ionlari hosil bo'lishi bilanok KMnO_4 nixoyatda tez, ya'ni bir laxzada rangsizlanadi. Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarning yunalishi va ularning To'la borishi ikkala juftning potentsiallari orasidagi ayirmaning qiymatiga hamda uning ishorasiga bog'liq bo'ladi, lekin bunday reaksiyalarning tezliklari potentsiallar ayirmasiga bog'liq emas.

6.4. Oksidlanish –qaytarilish usuli bilan titrlashda sodir bo'ladigan qo'shimcha reaksiyalar.

Oksidlanish – qaytarilish protsesslaridan xajmiy analizda foydalanishda tuskinlik qiladigan qiyinchiliklardan biri shundaki, bu vaqtda (zaruriy reaksiya bilan bir qatorda) bir necha qo'shimcha reaksiyalar ham boradi va ishlatilayotgan eritmaning noma'lum miqdori bu qo'shimcha reaksiyalar uchun sarf bo'ladi. Shuning uchun agar qo'shimcha reaksiyalarni to'xtatish chorasi kurilmasa, titrlashdan hech qanday natija olib bo'lmaydi. Quyidagi misol orqali tushuntirishga harakat qilamiz

Ikki valentli temirning permanganat bilan aniqlashni kuramiz . bunday aniqlash quyidagi reaksiyaga asoslanadi.



Bu tenglamadan ko'rinib turibdiki, reaksiya kislotali muxitda H^+ ionlarini sarflanishi bilan boradi. Lekin vodorod ionlarini qanday kislotaga tarkibida eritmaga qo'shish ahamiyatga ega.

Mg²⁺ ionlarining miqdorini kompleks sonometrik usulda aniqlash muxim ahamiyatga ega. Tuproqdan olingan suvli surimni trilon B eritmasi bilan “qora erixorm T” indikator ishtirokida titrlab, undagi kaltsiy va magniy ionlarini umumiy miqdori aniqlanadi. So’ngra mureksid komplekson III eritmasi bilan titrlab kaltsiy ionining konsentratsiyasi aniqlanadi. Ikkala aniqlash farkidan eritmadagi magniy ionining konsentratsiyasi xisoblanadi.

5.2. b) Kaliyli o’g’itlar tarkibidagi qo’shimcha magniy miqdorini aniqlash.

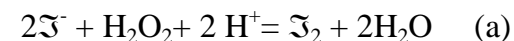
Kaliyli o’g’itlar sifatida ishlatiladigan K₂SO₄ yoki boshqa kaliyli tuzlar tarkibidagi qo’shimcha magniy ion miqdorini, kompleksometrik usulda aniqlash mumkin. Mineral o’g’itlar sifatida ishlatiladigan texnik kaliy sulfat kainit-silvinitli rudani qayta ishlash yo’li bilan olinadi. Uning tarkibida 1% gacha MgO bo’lishi mumkin 30% xisobida aralashiriladigan kaliyli to’z tarkibida KCl, tabiiy silvinit va kainit, 10 dan 1,5 % gacha magniy bo’lishi mumkin. Kaliyli o’g’itlar tarkibida kaltsiy ionlari bo’lmaydi. Shu sababli magniyni aniqlashda, kaliyli o’g’itlarning suvli eritmasining trilon B ning standart eritmasi bilan “qora erixorm T” indikator ishtirokida bevosita titrlash usulida foydalaniladi. Analiz uchun kaliyli o’g’itlar urniga KCl (yoki K₂SO₃) ning MgCl₂ yoki (MgSO₄) bilan aralashmasini ishlatish mumkin.

II eritmadagi magniyning normalligi odatdagi usulda xisoblanadi.

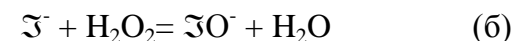
$$N_{mg^{2+}} = \frac{N_{\text{трilon}} \cdot V_{\text{трilon}}}{V_{\text{угитэритмаси}}} = \frac{N_{\text{трilon}} \cdot V_{\text{трilon}}}{25,00}$$

Kaliyli o’g’itlar tarkibidagi magniy miqdorini MgO massasi bilan ifodalash qabul qilingan. Kaliyli o’g’itlardan olingan tortim tarkibidagi MgO miqdorining xisoblash uchun quyidagi formuladan foydalaniladi.

Lekin ba’zan bu boskichlarni aniqlash va shunga qarab protsessning haqiqiy borishini ko’z atish imkoniyati tugiladi. Masalan



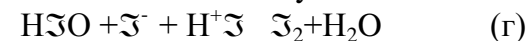
bu reaksiyada ancha malekula ishtirok etayapti. Bu reaksiyaning oralik boskichlaridan birida gipoidit kislotani anioni SO⁻ hosil bo’ladi. Uning hosil bo’lish tenglamasi quyidagicha



hosil bo’lgan SO⁻ ionlari H⁺ ionlari bilan birikadi.



H₂SO kuchli oksidlovchi bo’lganligi uchun S⁻ ionini oksidlaydi:



Agar (b) (v) va (g) tenglamalarni xadma xad kushsak (a) yig’indi tenglamani olamiz

Ana shunday murakkab reaksiyaning tezligi uning eng sekin boruvchi oralik boskich tezligiga qarab aniqlanadi. Temperaturani va o’zaro reaksiyaga kirishayotgan moddalarning konsentratsiyasini oshirishdan tashqari eritmaga katilizator qo’shish bilan ham reaksiya tezligini o’zgartirish mumkin. Reaksiyada sarf bo’lmasdan uning tezligini o’zgartiradigan moddalar katalizatorlar deyiladi. Reaksiya tezligini oshirishdan tashqari uning tezligini susaytiruvchi moddalar ingibitorlar deb ataladi.

Katalizatorning sarf bo’lmasligi uning reaksiyada ishtirok etmasligini ko’rsatmaydi. Gamogen muxitda boradigan reaksiyalarga katalizatorning ta’sir etish sababi shundaki, ayni

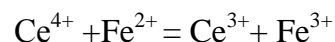
reaktsiya eritmadagi H^+ yoki J^- ionlari konsentratsiyasini oshirish bilan tezlashadi. Ma'lum gamogen muxitda boradigan reaksiyalarning tezliklari reaksiyaga kirishayotgan moddalarning konsentratsiyalar ko'paytmasiga to'g'ri proportsional bo'ladi.

SHunday reaksiyalar borki, u bir necha oralik boskichlardan o'tadi, shuning uchun bunday reaksiya tenglamalari protsessning haqiqiy borishini emas, balki barcha boskichlarning umumiy yig'indisiningina ko'rsatadi. Protsessning umumiy tezligi ayrim oralik boskichlarning tezliklariga bog'liq bo'ladi, shuning uchun bunday reaksiyalar tezliklarini oldingi tenglamadan aniqlab bo'lmaydi.

Ko'pchilik oksidlanish-qaytarilish protsesslarning haqiqatan bir necha oralik boskichlardan o'tishini quyidagicha muloxazalar asosida tushuntirish mumkin.

Eritmadagi ionlar bir-biri bilan to'qnashgan vaqtdagina kimyoviy reaksiya sodir bo'ladi. Zarrachalarning o'zaro to'qnashish extimolligi, barcha sharoitlar bir xil bo'lgan takdirda, ayni reaksiyaga kirishuvchi zarrachalar soniga bog'liq bo'ladi.

Masalan



zarrachalarda to'qnashish extimolligi



kabi uchta molekula ishtirok etuvchi reaksiyalardagi zarrachalar to'qnashishiga nisbatan ancha katta bo'lishi kerak. Turt, besh va xokazo molekulyar reaksiyalarda zarrachalarning to'qnashish extimolligi shu qadar kichikki, bu reaksiyalar amalda sodir bo'lmaydi. Bunday reaksiyalarning hammasi, albatta, har biri o'zicha reaksiyalardan iborat bo'lgan bir necha oralik boskichlardan o'tadi. Bu oralik boskichlarning qandayligi odatda ma'lum emas.

$$M_{MgO} = N_{Mg^{2+}} \cdot E \cdot V$$

V- Bu yerda E – magniy oksidining ekvivalent massasi

o'g'it tortimi eritmasini xajmi.

Xisoblab topilgan MgO qiymatidan o'g'it tarkibidagi MgO ning protsent miqdorining xisoblash mumkin

5.3. Cho'ktirish usullari.

Cho'ktirish usulida titrlashda ayrim qiyin eriydigan birikmalar hosil qilish reaksiyalardan foydalaniladi. Xajmiy analizda bunday reaksiyalarning ba'zilaridagina foydalanish mumkin va ular bir qator shartlarga rioya qilish kerak.

a) cho'kma amalda erimaydigan bo'lishi zarur.

b) cho'kma yetarli darajada tez hosil bo'lishi kerak

v) birgalashib cho'kish singari omillar analiz natijasiga ta'sir etmasligi lozim.

g) Tirlash vaqtida ekvivalent nuqtani belgilash uchun imkoniyat bo'lishi kerak.

Ushbu talablar xajmiy analizda qo'llanishi mumkin bo'lgan reaksiyalar sonini juda kamaytirib yuboradi. Kumushning qiyin eriydigan tuzlarini quyidagi tenglama buyicha cho'ktirish reaksiyalariga asoslangan metodlar ayniksa muxim ahamiyatga ega. $Ag^+ + A_n^- = Ag A_n$

Bu yerda A_n bilan Cl^-, B^-, I^-, CNS^- va boshqa anionlar ko'rsatilgan.

Bu reaksiyaga asoslangan metodlar xajmiy analizning *argyentometriya bo'limini* tashkil etadi. Shu bilan bir qatorda, galogenlar qiyin eruvchan simob (I) yodid Hg_2I_2 xolida cho'ktirish orqali ham aniqlanadi. Bu metod *merkurometriya* deb nomlanadi.

5.3. a) Argyentometriya

Xajmiy aniqlashlarning argenometriya usuli xlorid va bromid

ionlarini kumush ionlari bilan cho'ktirish reaksiyalariga asoslangan. Bunda qiyin eriydigan kumush galogenidlar hosil bo'ladi.



Bu usulda ishchi eritma sifatida AgNO_3 eritmasi ishlatiladi. Agar biror modda tarkibidagi kumush ioni miqdori aniqlanayotgan bo'lsa, ishchi eritma sifatida NaCl (yoki KCl) ning titrlangan eritmasi ishlatiladi.

Argentometriya usulini tulik tushunish uchun uning titrlash egri chizig'ini urganish muxim ahamiyatga ega. Faraz kilaylik masalan NaCl ning 100ml 0,1n. eritmasi AgNO_3 eritmasi bilan titrlansin.

Dastlabki, paytda (eritmaga AgNO_3 qo'shmasdan avval) Cl^- ionlarini eritmadagi konsentratsiyasi NaCl ning umumiy konsentratsiyasiga (10^{-1} m ga) ga teng bo'ladi. Cl^- ionlarining eritmadagi konsentratsiyasi NaCl ning umumiy konsentratsiyasiga (10^{-1} m) teng bo'ladi. Cl^- ionlari konsentrtsiyasining manfiy logarifmini p Cl bilan belgilab quyidagicha yozish mumkin.

$$p \text{Cl} = - \lg[\text{Cl}^-] = - \lg 10^{-1} = 1$$

xisoblashlarni osonlashtirish uchun $\text{E}K_{\text{AgCl}}$ ning yaxlitlangan qiymati ($1 \cdot 10^{-10}$) dan foydalanamiz, NaCl eritmasiga AgNO_3 eritmasidan 90 ml qo'shilgandan so'ng, ya'ni barcha Cl^- ionlarining 90% AgCl xolida cho'kmaga tushgandan keyin uning eritmadagi konsentratsiyasi 10 marta kamayadi, ya'ni $1 \cdot 10^{-2}$ g-ion /l ga teng bo'lib qoladi. Shunga muvofik $p \text{Cl} = 2$ bo'ladi.

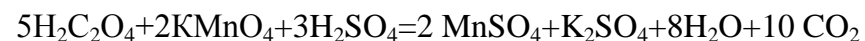
Nixoyat, agar NaCl ning 100 ml 0,1n eritmasiga ekvivalent miqdorda, ya'ni AgNO_3 ning 0,1 ni eritmasida 100 ml qo'shilsa AgCl ning to'yingan eritmasi hosil bo'ladi.: Bu eritmada Cl^- va Ag^+ ionlarining konsentratsiyalari o'zaro teng bo'ladi.

qiyinlashtiradi. Masalan, reaksiyalarning qaytar bo'lib, oxirigacha bormasligi shunday xususiyatlar jumlasiga kiradi. Ikkinchi xususiyati shundan iboratki, ko'pchilik oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari yetarli darajada katta tezlik bilan bormaydi, ma'lumki. Sekin boradigan reaksiyalardan titrlash uchun foydalanib bo'lmaydi, chunki bu xolda titrlash cho'zilib ketishi bir qatorda yetarli darajada aniq bajrib bo'lmaydi. Oksidlanish qaytarilish reaksiyalaridan xajmiy analizda foydalanish uchun ularning tezliklarini oishirish choralari kurish kerak.

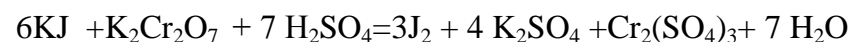
Sekin boradigan reaksiyalarni turli yo'llar bilan birinchi navbatda eritma temperaturasini oshirish yo'li bilan tezlatish mumkin. Temperatura reaksiya tezligiga nixoyatda katta ta'sir. Ko'rsatadi. Temperaturani har 100 ga oshirilganda, odatda reaksiya tezligi 2-4 marta ortadi. Demak, temperatura arifmetik progressiya bilan oshirilganda tezligi geometrik progressiya bilan ortadi.

SHuning uchun ko'pincha, uy temperaturasida bormaydigan reaksiya qizdirilganda yetarli darajada tez boradi.

Misol tarikasida analitik kimyo uchun muxim ahamiyatga ega bo'lgan



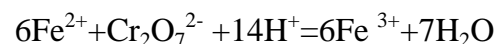
bu reaksiya 70-800 da olib boriladi. Birok eritma temperaturasini hamma vaqt oshirish mumkin bo'lavermaydi, chunki qizdirish natijasida ba'zan reaksiyaga kirshuvchi moddalardan biri buglanib ketishi ba'zan xavo kislorodi ta'siridan oksidlanib kolishi mumkin. (Masalan FeSO_4 eritmasini permanganat bilan titrlashda Fe^{Z+2} ionlari oksidlanib qoladi). Bunday xollarda reaksiya tezligini oshirish uchun boshqa choralar kuriladi. Masalan reaksiyaga kirishayotgan moddalarning konsentratsiyasini oshirishga to'g'ri keladi. Masalan sekin boruvchi



bo'lmasdan, titrlanayotgan eritmaning ma'lum oksidlash potentsialiga erishishiga bog'liq. Bunday indikatorlar oksidlanish qaytarilish indikatorlari deb ataladi.

Ularga shunday ta'rif berish mumkin, oksidlanish-qaytarilish indikatorlari qaytar tarzda oksidlana oladigan yoki qaytarila oladigan moddalar bo'lib bularning oksidlangan va qaytarilgan formalari turli rangga egadir.

Ma'lumki, permanganat bilan titrlash uchun hech qanday indikatorndan foydalanishga extiyoj yo'q; lekin ikki valentli temir tuzlarini



tenglamaga muvofik bixromat bilan titrlashda indikator kerak. Bizga ma'lum bo'lgan oksidlanish qaytarilish indikatorlardan difenilamin birinchi marta xuddi ana shuni titrlashni amalga oshirishda ishlatilgan. Titrlash vaqtida indikatorning rangi keskin o'zgarishi va indikator xatosi kam bo'lishi uchun eritmaga H_3PO_4 qo'shiladi. Bunda H_3PO_4 bilan Fe^{3+} ionlari birikib $[\text{Fe}(\text{PO}_4)_2]^{3-}$ tarkibli mustaxkam kompleks hosil bo'ladi.

Oksidlanish qaytarilish indikatorlarini turli oksidimetrik usullar uchun qo'llash mumkin, bu indikatorlar shunday afzalliklarga ega bo'lishi bilan bir qatorda yirik kamchiliklardan ham xoli emas. Masalan, indikatorning bir formadan ikkinchi formaga o'tishi potentsialining qiymati eritma pH ning qiymatiga qarab o'zgaradi. Ba'zan indikatorning rangi juda sekin o'zgaradi yoki oralik maxsulotlar hosil bo'ladi. Shuning uchun ham permanganat bilan titrlashda indikatorlardan foydalanilmaydi, shuningdek yodometrik titrlashda ham avvaldagidek kraxmaldan foydalaniladi.

6.3. Oksidlanish –qaytarilish reaksiyalari tezligi

Oksidlanish- qaytarilish reaksiyalari ba'zi bir xususiyatlari ulardan xajmiy analizda foydalanishni

$$[\text{Cl}^-] = [\text{Ag}^+] = \sqrt{10^{-10}} = 10^{-5} \text{ g-ion/l}$$

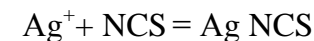
$$p \text{ Cl} = p \text{ Ag} = 5$$

Eritmaga 100,1 ml AgNO_3 qo'shilgandan so'ng (ya'ni eritmada 0,1 % ortiqcha AgNO_3 bo'lganda) Ag^+ ionlarning ortiqcha miqdorda AgNO_3 ning 0,1 ml eritmasidagi Ag^+ ionlarining miqdoriga teng bo'ladi. Xlor ionlarining konsentratsiyasi Na Cl dan 0,1 ml ortiq qo'shilganda qanday bo'lgan bo'lsa Ag^+ ionlarining konsentratsiyasi ham xuddi shuncha , ya'ni 10^{-4} g -ion/l ga teng bo'ladi.

$[\text{Ag}^+] = 10^{-3}$; $\text{Ag} = 3 \cdot [\text{Cl}^-] = 10^{-7}$ pCl=7 va xokoza.

5.3. b) Rodonometriya

Bu metod Ag^+ - ionlarini rodanid ionlari NCS^- bilan cho'ktirish reaksiyasiga asoslangan:



Rodanometriyada ishchi eritma sifatida ammoniy rodanid NH_4SCN (ёки KSCN kaliy rodanid) ishlatiladi. Rodanid eritmasi yordamida to'g'ri titrlash yo'li bilan Ag^+ ioni konsentratsiyasini aniqlash mumkin. Galogenid ionlarining konsentratsiyasi teskari titrlash yo'li bilan, ya'ni folgard metodi yordamida aniqlanadi.

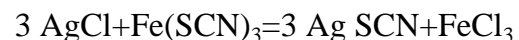
Cho'ktirish reaksiyasining nixoyasiga yetganligi indikatorlar yordamida aniqlanadi. Temir –ammoniyli achchiq tosh $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ ning to'yingan eritmasi indikator sifatida ishlatiladi. (Fe^{3+} ionlari eritmada gidrolizga uchrashga yo'l qo'ymaslik uchun eritmaga 2-3 tomchi HNO_3 qo'shish kerak). Eritmada kumush ionlari bo'lganda rodanid NCS ionlari (NH_4SCN xolida) qo'shilganda kumush rodanid AgSCN ning suvda eriydigan oq cho'kmasi hosil bo'ladi. Kumushning barcha ionlari rodanid ionlari bilan bog'lanib bo'lgan zaxoti, ya'ni ekvivalent nuqtasiga yetganda keyingi qo'shilgan NCS rodanid ionlari Fe^{3+} bilan ta'sirlashib temir

rodanid hosil qila boshlaydi. Natijada to'q qizil tusdagi Fe (SCN)²⁺ va Fe (SCN)₂⁺ ionlari hosil bo'ladi. Titrlash ana shunda to'xtatiladi.

5.4. Namuna tarkibidagi xlor miqdorini rodanometrik usulda aniqlash.

Eritma tarkibidagi galogenlar miqdorini folgard usuli bilan aniqlashda kumush nitratning galogenlar bilan ta'sirlashuvidan ortib qolgan miqdori ammoniy (yoki kaliy) rodanid eritmasi bilan titrlanadi.

Bunda kumush xlorid bilan ortiqcha temir rodanid orasida quyidagicha qo'shimcha reaksiya boradi.



Hosil bo'layotgan indikatorning to'qqizil rangi asta –sekin yo'qola boradi. Shu sababli titrlashdan olingan natijaning xatosi katta bo'ladi. Agar eritmadagi ortiqcha kumush nitratning rodanid eritmasi bilan titrlashdan oldin hosil bo'lgan AgCl cho'kmasi filtrlab ajratilsa, yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan xatto kamayadi. Ba'zan esa eritmaga suv bilan aralashmaydigan organik erituvchi (masalan CHCl₃ xloroform yoki CCl₄ uglerod (1U) xlorid qo'shib AgCl cho'kmasi bilan eritma orasida enert qavat hosil qilinadi).

Galogenning biror tuzi, masalan NaCl dan analitik tarozida shunday miqdor tortib olinadiki, 100 ml xajmli o'lchov kolbaga solib eritilganda taxminan 0,05 n dan ortiq konsentratsiyali eritma hosil bo'lmasin. Konussimon kolbaga pipetka yordamida tekshirilayotgan eritmadan 10,00 ml 6 n nitrat kislota dan 3 ml olib, unga byuretkadagi AgNO₃ ning titrlangan eritmasidan ortiqcha miqdorda qo'shiladi, kolbadagi aralashma yaxshilab aralashtiriladi va hosil bo'lgan AgCl cho'kmasi filtrlab ajratiladi, chunki disstillangan suv bilan yuviladi va asosiy filtratga qo'shiladi. Filtratni rodanid eritmasi bilan titrlanadi. Qizg'ish pushti rang hosil bo'lganda titrlash

F- faradey soni

T- absolyut temperatura

n- olinayotgan yoki berilayotgan elektronlar soni.

6.2. Oksidlanish qaytarilish reaksiyalarda ishlatiladigan indikatorlar

Oksidlanish qaytarilish usuli bilan titrlashda ishlatiladigan indikatorlarni urganishga o'tishdan oldin shuni kayt qilish kerakki, agar titrlanayotgan eritmaning rangi reaksiya natijasida yetarli darajada keskin o'zgaradigan bo'lsa, ba'zi xollarda indikator ishtirokisiz ham titrlash mumkin, masalan, turli qaytaruvchilarni kislotali muxitda permanganat bilan oksidlashda indikatorsiz titrlashdan foydalanish mumkin. Ma'lumki binafsha qizil rangli, MnO₄⁻ ioni qaytarilib, rangsiz Mn²⁺ ioniga aylanadi. Eritmadagi qaytaruvchi tamomila oksidlanib bo'lgandan keyin eritmaga bir tomchi permanganat qo'shilsa, eritma pushti rangga kiradi.

Qaytaruvchilarning yod eritmasi bilan ham titrlash indikatorsiz titrlash mumkin. Bunda J₂ ning qaytarilib J⁻ ga o'tishi natijasida yod eritmasining to'q qo'ng'ir rangi yo'qolib ketadi. Lekin eritmasining rangi u qadar quyuuq bo'lmaganligi sababli yod eritmasi bilan titrlashda indikator sifatida kraxmal eritmasida foydalaniladi, chunki kraxmal ham juda oz miqdor yod bilan ham quyuuq rang hosil qiladi.

Indikator sifatida kraxmaldan foydalanish yodning oksidlovchilik xossasiga emas, balki uning kraxmal bilan ko'k rangli adsorbtsion birikma hosil qilishiga asoslangan.

Lekin shunday indikatorlar ham ma'lumki, ular rangining o'zgarishi titrlashda bir-biri bilan reaksiyaga kirishayotgan oksidlovchi yoki qaytaruvchining spetsifik xossalriga bog'liq

Cl⁻, Mn⁺⁺ ionlari va xakazolar bo'ladi.

Demak, ayrim oksidlovchi yoki ayrim qaytaruvchining oksidlash potentsiali haqida emas, balki $Fe^{3+} + Fe^{2+}$, Cl_2 / $2Cl^-$, MnO_4^- , Mn^{2+} va shular kabi oksidlanish - qaytarilish juftlarining oksidlanish- qaytarilish potentsiallari haqida gapirish to'g'ri bo'ladi.

Har qanday oksidlanish – qaytarilish jufti ikki formadan iborat: bulardan biri oksidlangan forma bo'lib, bunda ayni element yuqori valentlikka ega bo'ladi ikkinchi qaytarilgan forma bo'lib, bunda ayni element past valentlikka ega. Har qanday oksidlanish-qaytarilish juftining oksidlangan formasi oksidlovchi, qaytarilgan formasi qaytaruvchidir. Hamma vaqt shuni nazarda to'tish kerakki, ayni oksidlanish-qaytarilish sistemasida oksidlovchi qanchalik kuchli bo'lsa, qaytaruvchi shunchalik kuchsiz bo'lishi kerak va aksincha qaytaruvchi kuchli bo'lsa, oksidlovchi kuchli bo'ladi. Masalan, agar Cl_2 kuchli oksidlovchi deyilsa, demak, xlor atomlarining elektron biriktirib olish xossasi (ya'ni Cl^- ionlariga o'tish xossasi) kuchli bo'ladi. Bunday xolda Cl^- ionlari bu elektronlarni o'zida maxkam to'tib turishi, ya'ni nixoyatda kuchsiz qaytaruvchi bo'lishi kerak. Sn^{++} ionlari kuchli qaytaruvchi, ya'ni elektronlarini oson berib, Sn^{++++} ionlariga aylanadi, bunda Sn^{++++} ionlarining elektron biriktirib olish xususiyati kuchsiz, ya'ni Sn^{++++} ionlari kuchsiz oksidlovchi degan xulosa chikariladi. Biror oksidlanish qaytarilish juftining oksidlash potentsiali bilan uning oksidlangan hamda qaytarilgan formasi konsentratsiyalari orasidagi bog'lanish termodinamika asosida chikarilgan Nernst tenglamasi orqali ifodalanadi.

$$E = E_0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{окс}{кайтмр}$$

Bu yerda:

E_0 - oksidlanish-qaytarilish juftining normal oksidlash potentsiali.

R- gaz doimiysi (8,313 joulga teng)

to'xtatiladi. Folgard usuli yordamida Br^- va Cl^- ionlarining miqdorini ham aniqlash mumkin. Bunda $AgBr$ yoki $AgCl$ cho'kmalarini filrlash yo'li bilan ajratishning xojati yo'q.

Nazorat savollari

1. Kompleksonometrik usulining mohiyati nimadan iborat?
2. Kompleksonometrik usulda ekvivalent nuqta qanday aniqlanadi?
3. Trilon B nimadan iborat?
4. Suvning qattiqligi kompleksonometrik usulda qanday aniqlanadi?
5. Kaliyli o'g'it tarkibidagi magniy qanday aniqlanadi?
6. Kompleksonometrik usulda titrlash uchun qanday indikatorlardan foydalaniladi?
7. Xajmiy analizda cho'ktirish usulini qo'llash uchun qanday sharoitlar yaratish talab etiladi?
8. Argentometriya usulini mohiyati nimalardan iborat?
9. Rodanometriya usuli to'g'risida o'z fikrlaringizni bildiring?
10. Mor usulining mohiyati nimadan iborat?
11. Folgard usulining mohiyati nimadan iborat?

$AgNO_3$ ning 0,025n eritmasi berilgan uning titrini a) xlor buyicha b) $NaCl$ bo'yicha xisoblang

Javob: a) $T AgNO_3 / Cl$ bo'yicha = 0,000877

b) $T AgNO_3 / NaCl$ bo'yicha = 0,001463

6-ma'ro'za. OKSIDLANISH - QAYTARILISH RYEAKTSIYALARINI ANALITIK KIMYODA QO'LLANILISHI.

RYEJA:

- 6.1. Oksidlash potentsiallari haqida tushuncha.
- 6.2. Oksidlanish- qaytarilish reaksiyalarida ishlatiladigan indikatorlar.
- 6.3. Oksidlanish qaytarilish reaksiyalarining tezligi.
- 6.4. Oksidlanish qaytarilish usuli bilan titrlashda ishlatiladigan qo'shimcha reaksiyalar
- 6.5. "Yondosh" yoki "turtki" reaksiyalar.

Adabiyotlar. 1,2,3,4,5.

Tayanch iboralar.

Oksidlanish, qaytarilish, dissotsilanish, elektron, zaryad, valentlik oksidlanish darajasi, elektrolit, oksidlovchi, qaytaruvchi, elektrod, anatilitik, katalizator, gomogen, geterogen.

6.1. Oksidlash potentsiallari haqida tushuncha.

Sizga anorganik kimyo kursidan ma'lumki, moddalarning oksidlanish darajasi o'zgarishi bilan boradigan reaksiyalar oksidlanish qaytarilish reaksiyalari deyiladi. Biz yuqorida kurib utgan neytrallash va cho'ktirish usullarining mohiyati shundan iboratki, titrlash vaqtida sodir bo'ladigan reaksiyada ionlar o'zaro birikib dissotsilanmagan kuchsiz elektrolit (suv, kuchsiz kislot), yoki cho'kma molekularini hosil qiladi.

Oksidlanish – qaytarilish reaksiyalarida oksidlovchi elektronlar biriktirib olib qaytariladi, qaytaruvchi esa elektronlar chikarib oksidlandi. Elektronlarning ana shunday qayta oksidlanishi okibatida reaksiyaga kirishgan atom yoki ionlarning oksidlanish darajalari o'zgaradi, oksidlanayotgan atom yoki ionlarning oksidlanish darajasi ortadi, qaytarilayotgan atom yoki ionlarning oksidlanish darajasi kamayadi.

Masalan

Fe^{2+} ning Fe^{3+} ga, Cl^- ning Cl_2^0 ga, Cu ning Cu^{2+} ga o'tishi oksidlanishdan iborat, chunki uchala xolda ham atom

yoki ionlarning oksidlanish darajasi (+2 dan +3 ga, -1 dan 0 ga va 0 dan + 2 ga qadar) ortadi. Oksidlovchi va qaytaruvchilar bir-biridan o'zlarining kuchlariga qarab, ya'ni kimyoviy aktivlarga qarab farqlanadi. Kuchli oksidlovchilarda elektronlarni biriktirib olish xossasi kuchli bo'ladi. Shuning uchun ular ko'pchilik qaytaruvchilar elektronlarni shu jumladan, kuchsiz, ya'ni o'z elektronlarni qiyinchilik bilan beradigan qaytaruvchilar elektronlarini ham tortib oladi. Aksincha, kuchsiz oksidlovchilarning elektron biriktirish xossasi juda kuchsiz bo'ladi. Shu sababli ular faqat kuchli (ya'ni elektronlarni osongina beradigan) qaytaruvchilarnigina oksidlay oladi.

Oksidlash potentsiallari kattaligiga qarab oksidlovchi va qaytaruvchilarning kuchlari haqida fikr yuritish mumkin. Miqdoriy analizda oksidlash potentsiali katta ahamiyatga ega. Agar biror asl metallardan (masalan platina) yasalgan elektrod tarkibida oksidlovchi yoki qaytaruvchi bor eritmaga tushirilsa, oksidlovchi metall elektronlarni ma'lum miqdorini tortib oladi yoki aksincha qaytaruvchi o'z elektronlarini metallga beradi. Bunda elektrod ma'lum potentsialga qadar musbat yoki manfiy zaryadlanadi. Va bu potentsial elektronlarning qayta taksimlanishini muvozanatlab turadi. Eritmaning oksidlovchilik xossasi qancha kuchli bo'lsa, unga tushirilgan elektrod shuncha yuqori musbat zaryadga ega bo'ladi. Demak, elektrodning eritmaga tushirilgandagi eng yuqori potentsiali eritmaning oksidlash aktivligining o'lchovi bo'ladi. Shuning uchun uni eritmaning oksidlash potentsiali deyiladi.

SHuni ham aytib o'tish kerakki, haqiqatda hech qachon mutlaqo toza oksidlovchi yoki mutlaqo toza qaytaruvchi bo'lmaydi. Eritmada ular o'zlarining oksidlanish yoki qaytarilish maxsulotlari bilan aralash xolda uchraydi. Masalan qaytaruvchi Fe^{++} ionlari bo'lgan eritmada hamma vaqt uning oksidlanish maxsuloti Fe^{+++} ionlari bo'ladi. Fe^{+++} ionlari esa oksidlovchilik xossasiga ega. Xuddi shuningdek Cl_2 , MnO_4 va xakazo oksidlovchilar ham toza bo'lmaydi, ularning tarkibida doimo oz miqdorda bo'lsa ham qaytarilish maxsulotlari ya'ni