

**НАВОИЙ КОН – МЕТАЛЛУРГИЯ КОМБИНАТИ
НАВОИЙ ДАВЛАТ КОНЧИЛИК ИНСТИТУТИ
КИМЁ – МЕТАЛЛУРГИЯ ФАКУЛЬТЕТИ
«КИМЁ ва КИМЁВИЙ ТЕХНОЛОГИЯ» КАФЕДРАСИ**

**“Аналитик кимё”(таҳлилнинг физик –кимёвий усуллари)
фанидан “ Фотоколориметрик усул билан эритмадаги темир(III)
миқдорини аниқлаш» мавзусидаги**

Лаборатория иши

Тайёрлаган:

к.ф.н. доц. Мардонов Ў.М.

НАВОИЙ 2010 й

1. ОПТИК АНАЛИЗ УСУЛЛАРИ

Анализнинг оптик усуллари моддаларнинг электромагнит нурланиш (ёруглик нури) энергияси билан таъсирлашиши натижасида ўзгарадиган параметрларни ўлчашга асосланган. Анализнинг оптик усуллари қуйидагиларга бўлинади:

1. Рефрактометрия – моддаларнинг ёруглик нури синдириш қурساتкичини ўлчашга асосланган.
2. Нефелометрия - эритмага тушаётган ёруглик нурининг эритмада ёйилиш интенсивлигини ўлчашга асосланган.
3. Турбициметрия- асосида эритмадан ўтган ёруглик нури интенсивлигини ўлчаш ётади.
4. Поляриметрия - кутбланган нур текислигининг бурилиш бурчагини ўлчашга асосланган .
5. Эмиссион – атомнинг қузгалган ҳолатида яъни бир энергетик каватдан бошқа энергетик каватга ўтишида чиққан нур интенсивлигини ўлчаш ётади.
6. Абсорбцион – моддаларнинг электромагнит нурларни танлаб ютишига асосланган бўлиб ёруглик нури ютилишининг асосий қонунига бўйсунди.

Ёруглик нури ютилишининг асосий қонуни (Бугер – Ламберг – Бер қонуни)

Маълумки модда, атом ёки ионлар ёругликни ютганда уларнинг энергетик ҳолати ўзгаради, аниқроғи энергияси кам E_1 ҳолатдан E_2 ҳолатга ўтади. Шу пайтда модда таркибида электрон ўтиши бўлиб беради, бу ўтиш фақат аниқ энергияли ёруглик бўлаги (кванти) ютилганда бўлиб беради. Бу ютилиш фақатгина ютиладиган энергия квантининг миқдори шу электрон ўтишга тугри келувчи энергия фарқи (ΔE) га тенг бўлганда амалга ошади, яъни қўриниб турибдики тушаётган ёруғликнинг бир қисми моддага ютилиб қолади. Натижада тушаётган нурнинг бир қисми «Қатлам»га ютилиб ўз интенсивлигини камайтиради. Моддадан ўтаётган нур интенсивлиги I_0 камайиши I/I_0 ютувчи модда миқдори (C) ва қатлами қалинлиги (l) орасидаги боғланиш ёруглик нури ютилишининг асосий қонуни дейилади. Ўтаётган нур интенсивлиги камайишини ўлчаш учун, шу нурнинг тоза эритувчидан ўтгандаги интенсивлиги - I , аниқланаётган модданинг шу эритувчидаги эритмасидан ўтгандаги интенсивлиги. I ни солиштириш билан эриган модда миқдори аниқланади. Бир хил материалдан иборат тенг қалинликдаги қатламда эритмадан ўтган ёруғликнинг тарқалиши ва қайтиши тенг бўлиб, улар интенсивлигининг камайиши эритманинг концентрациясига боғлиқдир

Хар қандай эритмадан ўтган нур интенсивлигининг камайиши ўтказиш коэффициентлари билан характерланади.

$$T = \frac{I}{I_0}$$

Бунда T - ўтказиш коэффициентлари

I ва I_0 - ўтган ва тушган нур интенсивлиги

Ўтказувчанликнинг манфий ишорали ўнли логарифми эритманинг оптик зичлиги дейилади:

$$A = \lg (1/ T) \cdot 100 = 2 - \lg T$$

Эритмадан ўтаётган нур интенсивлигининг камайиши Бугер- Ламберг- Бер қонунига бўйсуниб қуйидаги математик қўринишга эгадир:

$$I = I_0 \cdot 10^{-ekl} \quad \text{ёки} \quad \frac{I}{I_0} = 10^{-ekl} \quad \text{ёки} \quad -\lg \frac{I}{I_0} = -\lg T = A = E \cdot C \cdot l$$

Бунда A - оптик зичлик

l - нур ютувчи қатлам қалинлиги, см
 C - модда (эритма) нинг концентрацияси, моль/л, г/л
 ε - хар бир модданинг ўзига хос бўлган оптик хусусияти бўлиб, модданинг моляр нур ютиш коэффиценти дейилади.

Унинг маъноси қалинлиги 1 см ва концентрацияси 1 моль /л эритманинг оптик зичлиги : $A = \varepsilon \cdot l \cdot C = \varepsilon \cdot \text{дир.}$

Фотометрик ўлчаш техникаси ва асбоблари

Эритмалар концентрациясини фотометрик аниқлаш усуллари стандарт ва текширилаётган эритмаларни нг ёруғликни ютилиши ёки ўтказиб юборилишини таққослашга асосланган. Текширилаётган эритмага ёруғликнинг ютилиш даражаси фотоколориметрлар ва спектрофотометрлар ёрдамида аниқланади. Стандарт ва текширилаётган рангли эритмаларнинг оптик зичлигини ўлчаш доимо таққослаш эритмасига нисбатан олиб борилади. Таққослаш эритмаси (ноль эритма) сифатида таркибида аниқланувчи ион билан рангли бирикма ҳосил қилувчи реагентдан ташқари барча компонентлар бўладиган текширилувчи эритманинг бир қисмидан фойдаланиш мумкин.

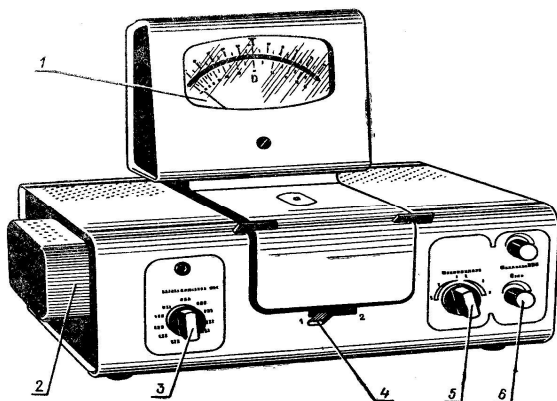
Агар қўшилувчи реагент ва таққослаш эритмасининг барча бошқа компонентлари ҳам рангсиз бўлса ва демак, спектрнинг кўринувчи қисмидаги нурларни ютмайдиган сувдан фойдаланиш мумкин.

КФК-2М асбобида ишлаш тартиби

Асбобда таъминлаш блоки ва чўғланиш лампаси уланганидан 15 - 20 минут ўтгач - асбоб барқарор ишлаш режимида ўтгандан кейин ўлчашни бошлаш мумкин. Асбоб қизиётган вақтида кюветалар бўлинмаси очик холда бўлиши керак. Бу ҳолатда ёруғлик қабул қилгичларга тушатган ёруғлик оқими парда билан тўсилади ва улар ишдан чиқишининг олди олинади.

Эритманинг ёруғлик ўтказиши ёки оптик зичлиги ўлчанади. Ўлчашда кюветанинг копкогининг берк бўлади. Аввало асбобнинг; «электр нол» ҳолати ўрнатилади. Бунинг учун даста 4 ни бураб (1 - расмга қ.), парда ёрдамида ёруғлик оқимининг йўли тўсилади.

1 – расм. Фотоколориметр КФК – 2М



Эритмадаги модда концентрациясини аниқлаш.

Куйидагиларга риоя қилиш тавсия этилади:

1. Ёруғлик фильтрини танлаш.

Агар текширилаётган эритманинг ютиш спектр и номаълум бўлса, унинг тахминий кўриниши куйидагича аниқланади: Кюветани текширилаётган эритма билан тўлдириб, унинг оптик зичлиги барча ёруғлик фильтрларидан кетма-кет фойдалиниб ўлчанади. Олинган маълумотлар асосида $A = f(\lambda)$ боғланиш графиги тузилади (2-расм). Спектрнинг оптик зичлик максимал қийматга эга бўлган ва тўлқин узунлиги ўзгарганида кам ўзгарувчи соҳаси танланади.

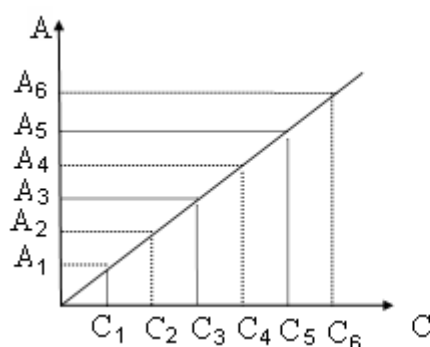
Максимал ўтказиш соҳаси (λ_{max}) текширилувчи эритма ютилиш спектрининг кўрсатилган қисмига мос келувчи ёруғлик фильтри танлаб олинади. Агар, бу шартга бир неча ёруғлик фильтри мос келса, улардан фотоэлементнинг сезгирлиги юқори бўладигани танланади. Ёруғлик фильтрини эритманинг ўлчанган оптик зичлигининг энг катта қийматига қараб ҳам танлаш мумкин.

2. Кювета танлаш ўлчанувчи оптик зичликларнинг оптимал диапазониға боғлиқ. КФК-2М асбобида қуйидаги кюветалар тўплами бўлади:

Кюветанинг ишчи узунлиги, мм	50	30	20	10	5	3	1
Кюветанинг хажми, мл	20	14	9	5	2,3	1,4	0,5

Даражаланган график методи.

Бу методда концентрацияси ортиб борадиган, 5-8 стандарт эритмада тайёрланади. Хар бир нуқтанинг оптик зичлигини ўлчаш учун камида 3 та параллел эритма тайёрланади. Эритмаларнинг оптик зичликлари ўлчаниб, “даражаланган график” деб аталадиган график тузилади.



2-расм. Даражалаш графиги.

Мумкин қадар аниқланаётган эритманинг оптик зичлиги графикнинг ўртасига тушгани маъқул. Эритманинг оптик зичлиги A_x ни ордината ўқидан, C_x ни эса абсцисса ўқидан топиб, эритмадаги модда миқдори (мг)ни $q_x = C_x V_{\text{ум}} \cdot V_1$ формула билан ҳисобланади.

2-АМАЛИЙ МАШГУЛОТ

ФОТОКОЛОРИМЕТРИК УСУЛ БИЛАН ЭРИТМАДАГИ ТЕМИР (III) ИОНЛАРИ МИҚДОРИНИ АНИҚЛАШ

Ишнинг мақсади: фотоколориметрик усул билан эритмадаги темир(III) миқдорини аниқлаш услубини ўрганиш.

Керакли асбоб-ускуна ва реактивлар: фотоколориметр КФК-2М; 10% ли калий ёки аммоний роданид эритмаси; 8 дона 25 мл сиғимли ўлчов колбалар; 1,2 ва 5 мл ли даражаланган пипеткалар; 1:1 нисбатда суюлтирилган HNO_3 эритмаси; темир (II) тузининг стандарт эритмаси; дистилланган сув.

Темир тузининг стандарт эритмасини тайёрлаш учун 0,864 г $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ кристаллини 1 л ли ўлчов колбасига солиб, у озрок сув 5 мл концентранланган H_2SO_4 эритмасида эритиб, сўнгра ўлчов колбасининг чизиғигача дистилланган сув қуйилади. Бу эритманинг титри 0,1 мг/мл га тенг бўлади.

Даражалаш графигини тузиш. Бунинг учун 25 мл ли ўлчов колбаларининг ҳар бирига маълум изчилликда темир(II) ионининг стандарт эритмасидан 0,20; 0,30; 0,45; 0,60.; 0,90; 1,50; 2,2; 3,35; 5,00; 7,5 мл қуйилади. Сўнгра колбаларнинг ҳар бирига 1 мл дан (1:1) HNO_3 ва 4 мл дан калий ёки аммоний роданид эритмасидан қуйилиб, ўлчов колбасининг чизиғигача дистилланган сув тўлдирилади ва яхшилаб аралаштирилади. Эритмаларнинг оптик зичликлари $\lambda = 400-450$ нм (бинафша рангли нур фильтри) тўлқин узунлигида аниқланади. Олинган натижалар тегишли жадвалга ёзилиб, 2-расмдаги график тузилади.

Саволлар

1. Электромагнит нурланишлар қандай катталиклар билан характерланади.
2. Спектрнинг қуриниш соҳасига қандай қандай тулқин узунлигидаги нур тугри келади.
3. Оптик анализ усулининг қандай турларини биласиз, уларга қисқа изоҳ беринг.
4. Оптик анализ усулларида номуайом мода концентрациясини аниқлашнинг қандай усулларини биласиз.
5. Анализнинг молекуляр абсорбцион спектроскопия усули нимага асосланган.
6. Ёруғлик нурининг ютилиш қонунига таъриф беринг, формуласини ёзинг.
7. Ютилиш ва утказувчанлик нима, улар орасида қандай боғланиш бор.
8. Мода эритмалри қандай шароитда ёруғликни ютиш қонунига бўйсунди.
9. Бугер-Ламберг-Бер қонунидан четланиш сабабини тушунтиринг.
10. Моляр нур ютилиш коэффициентини (E_λ) физик маъносини тушунтиринг.
11. Моляр нур ютилиш коэффициентига E_λ таъсир қилувчи факторларни курсатинг.
12. Моляр нур ютилиш коэффициентига E_λ қараб фотометрик анализ усулини қандай баҳолаш мумкин.
13. Фотометрик анализнинг ёруғликнинг тулқин узунлигига қандай танланади.

Фойдаланилган адабиётлар

1. О. Fayzullaev «Analitik kimyo» Toshkent «Yangi asr avlodi», 2006y.
2. О. Fayzullaev va bosh. «Analitik kimyo» laboratoriya mashg'ulotlari Toshkent «Yangi asr avlodi», 2006y, 445b.
3. М.С. Миркомилова «Аналитик киме». Тошкент, Ўзбекистон, 2000 й
4. Файзуллаев О. «Электрохимёвий тершириш усуллари» Т. «Ўқитувчи» 1995й
5. В.П.Васильев «Аналитик кимё» I, II қисм, Т., Ўзбекистон, 1999.
6. Гурецкий И.Я. и др. «Практикум по физико-химическим методам анализа» Москва «Химия», 1987г.