

Ўзбекистон Республикаси Олий ва ўрта махсус таълим вазирлиги
Термиз Давлат университети

ФИЗИК -КИМЁВИЙ АНАЛИЗ МЕТОДЛАРИ

(ўқув қўлланма)

Бакалавр ўқув режаси бўйича таълим олаётган кимё мутахас-
сислиги 2-курс талабалари учун ўқув қўлланма

Термиз-1999

Н.Т.Туробов, Ч.И.Ибрагимов, Н.Б.Бобоев, И.Умбаровларнинг
“Физик-кимёвий анализ методлари” номли ўқув қўлланмасига

ТАҚРИЗ

Бакалавр бўлими бўйича тузилган ўқув режасига мўлжалланган дарсликлар ва ўқув қўлланмалар тўлиқ етишмаслигини ҳисобга олиб ва “Таълим тўғрисида”ги Қонунни ҳамда Кадрлар тайёрлаш бўйича миллий дастурни амалга оширишни тезлаштириш ва мукаммаллаштириш мақсадида Тошкент Давлат университети олимлари билан ҳамкорликда университетларнинг кимё мутахассислиги 2-курс талабаларига мўлжаллаб ушбу ўқув қўлланма тузилди.

Ушбу ўқув қўлланмада физик-кимёвий анализ методларининг қисқача назарий асослари ва ҳар бир метод учун бир ёки бир неча лаборатория ишлари келтирилган. Хусусан фотометрик, атом-эмиссион алангали фотометрия, люминисцент титрлаш, полярографик, амперометрик титрлаш, кулонометрик титрлаш ва потенциометрик компенсацион титрлаш анализ методларига бағишланган лаборатория ишлари батафсил баён қилинган. Ушбу ўқув қўлланма миқдорий анализнинг физик ва физик-кимёвий методлари бўйича амалий лаборатория машғулотларини бажарувчи университетлар кимё факультети 2-курс талабалари учун мўлжалланган.

Кимё фанлари доктори,
профессор:

ҚУЛМАТОВ Р. А.

ФОТОМЕТРИК АНАЛИЗ МЕТОДИ

Методнинг моҳияти. Фотометрик метод эритманинг аниқ-ланадиган компонентини дастлаб рангли бирикмага айлан-тириб сўнгра шу маълум қалинликга эга бўлаган рангли эритма қаватининг оптик зичлиги (нур ютилиши) ни ўлчашга асос-ланган. Кимёвий босқич, асосан методнинг аналитик имкони-ятларини - аниқликни, сезгирликни, танлаб таъсир этишини ва анализни бажариш учун сарфланадиган вақтни аниқлайди. Агар оптик зичликни ўлчашда маълум тўлқин узунликга эга нурдан фойдаланилса, у ҳолда бу методни спектрофотометрик метод дейилади. Агар оптик зичликни ўлчашда маълум тўлқин узунликларга эга бўлган (тахминан монохроматик) нурдан фойдаланилса бу методни фоколориметрик метод дейилади. Спектрофотометрик метод фотоколориметрик методга қара-ганда аниқроқ ва селективроқ ҳисобланади, лекин мураккаб ва қимматбаҳо асбобларни талаб қилади. Фотоколориметрик метод ҳамма аналитик параметрлар бўйича спектрофотометрик методдан орқада туради, лекин у асбобларнинг жуда оддийли-ги ва арзонлиги билан афзалдир. Ҳамма фотометрик методлар асосида Ламберг-Бугер-Бернинг нурнинг ютилиши қонуни ётади. Бу қонуннинг математик ифодаси қуйидагича:

$$A = E \cdot C \cdot \ell$$

Бу ерда C -рангли эритма конценцентрацияси, моль/л лар-да;

ℓ -эритманинг нурни ютадиган қатлами қалинлиги,сантимет-рларда (см),

E -нур ютилишининг моляр сўндириш коэффиценти ва

A -оптик зичлик, оптик зичлик -ўлчовсиз катталиқ бўлиб, у эритма қатламига тушаётган нур интенсивлигининг эритма қатлампидан ўтган нур интенсивлигига нисбатанининг ўнли логарифмига тенг

$$A = \lg(I_0/I_t)$$

Нур ютилишининг асосий қонуни қуйидаги шароитларда-гина старлича ва қатъий амал қилади: 1) эритмага тушаётган нур қатъий монохроматик; 2) рангли эритма старлича кучли суолтирилган; 3) эритманинг аниқланадиган компоненти тўла барқарор таркибли рангли бирикмага айлантирилган; 4) эрит-манинг барча бегона компонентлари конценцентрацияси ва таби-

ати ҳамма ҳолларда деярли ўзгармайди.

Моляр сўндириш коэффиценти эритма қатламининг қалинлиги 1 см ва ундаги рангли бирикманинг концентрацияси 1 моль/л бўлгандаги оптик зичликни характерловчи катталикидир. Бу коэффицент шу рангли маҳсулотнинг маълум тўлқин узунлигига эга бўлган нурни ютиш қобилиятини кўрсатувчи асосий тавсифидир. Унинг катталиги фойдаланилаётган монохроматик нурнинг тўлқин узунлигига боғлиқ. Бундай боғланишнинг график кўриниши ушбу рангли бирикманинг ютилиш спектри дейилади. Е қанчалик катта бўлса, рангли бирикмани қўллашга асосланган фотометрик методнинг сезгирлиги ҳам шунчалик катта бўлади. Энг юқори аниқлаш сезгирлигини таъминлаш учун фойдаланиладиган монохроматик нурнинг шундай тўлқин узунлигига эга бўлгани танланадики, бунда коэффицент Е максимал бўлиб эритманинг қолган барча компонентлари ва аниқланадиган компонентни рангли бирикмага айлантирадиган реагентнинг ортиқча миқдори бундай тўлқин узунлигига эга бўлган нурни ютмаслиги керак. Чегараланган миқдорда ёруғлик филтрлари бўлганда ёки улар ўтказадиган ёруғлик нурининг тўлқин узунликлари интервали номаълум бўлганда, ва шу билан бирга аниқланаётган рангли эритма энг кўп ютадиган нурнинг тўлқин узунлиги номаълум бўлганда, албатта ёруғлик филтрлари тажриба йўли билан танланади. Бунинг учун ҳар бир ёруғлик филтри билан рангли эритманинг оптик зичлиги ўлчанади, сўнгра энг катта оптик зичлик қайд қилинган ёруғлик филтри оптимал сифатида танланади.

Оптик зичликнинг ўлчанган қиймати билан аниқланадиган компонент концентрациясини аниқлаш учун қуйидаги усуллар қўлланилади.

1) бир ёки икки стандарт билан солиштириш усули; 2) даражаланган график усули; 3) қўшимча қўшиш усули.

Бир ёки иккита стандарт эритма билан солиштириш усулининг моҳияти қуйидагича: бир вақтнинг ўзида аниқланадиган модданинг алиқвот қисмидан рангли эритма тайёрлаш билан бир қаторда, худди шундай шароитда стандарт эритма алиқвот қисмидан рангли эритма шундай ҳисоб билан тайёрланадигики, бунда иккала эритмада ҳам аниқланадиган компонент миқдори бир-бирига яқин бўлади. Ҳар бир эритманинг оптик зичлиги ўлчанади, сўнгра анализ қилинадиган эритманинг алиқ-

вот қисмидан тайрланган рангли эритмадаги аниқланадиган компонентни номаълум C_x концентрацияси қуйидаги пропорциядан топилади:

$$C_{ст} : C_x = A_{ст} : A_x$$

Бунда $C_{ст}$ - стандарт эритмадаги аниқланадиган компонентнинг маълум концентрацияси, A_x ва $A_{ст}$ - анализ қилинадиган ва стандарт эритмалардан тайёрланган эритмалар оптик зичликлари. Агар A_x $A_{ст}$ дан кескин фарқ қилса, у ҳолда янги рангли стандарт эритмани шундай тайёрлаш керакки, бунда унинг оптик зичлиги деярли A_x билан бир хил бўлсин. Бир стандарт билан тенглаштириш усулини битта компонент миқдорини аниқлаш учун чегараланган сондаги анализларни бажаришда қўллаш қулайдир.

Даражаланган график усулини ҳар бир компонентнинг турли намуналардаги миқдорини аниқлаш учун кўп сонли анализларни бажаришда қўллаш мақсадга мувофиқдир.

Унинг моҳияти қуйидагича; аниқланадиган компонентнинг ортиб боровчи концентрациялари асосида 5-10 та рангли стандарт эритмалар тайёрланади ва уларнинг оптик зичликлари ўлчанади. Олинган натижалар асосида график чизилади, абсцисса ўқига аниқланадиган компонент концентрацияси, ордината ўқига эса, тегишли оптик зичликлар қиймати туширилади. Ҳамма тайёрланган концентрациялар оралиғида Ламберт-Бугер-Бер қонунидан четланиш бўлмаса, у ҳолда графикга туширилган нуқталар бир тўғри чизиқда ва координата бошидан ўтади. Акс ҳолди юқори концентрацияли эритмаларда координата бошидан ўтказилган тўғри чизиқдан, четланиш бўлади. Шу тариқа даражаланган график тузиш нур ютилиши асосий қонуннинг бажарилишини текшириш усули ҳамдир. Тажриба топилган ҳамма нуқталарнинг координата бошидан ўтадиган бир тўғри чизиқда ётишига ишонч ҳосил қилинган бу тўғри чизиқнинг тенгламаси энг кичик квадратлар усули билан ҳисобланади:

$$A = k \cdot C_{cm}$$

Бу тенглама билан стандарт рангли эритмалар тайёрланган шароитда анализ қилинадиган эритма қисмидан тайёрланган рангли эритмадаги аниқланадиган компонентнинг концентрацияси ҳисобланади. "К" нинг қийматини энг кичик квадрат

усули билан қуйидаги формула ёрдамида ҳисобланади:

$$k = \frac{\sum_{i=1}^n C_i A_i}{\sum_{i=1}^n C_i^2}$$

Бунда A_i ва C_i тегишли i -нчи стандарт эритма оптик зичлиги (нур ютилиши) ва концентрацияси, мг/мл ларда, n -стандарт эритмалар сони.

Стандарт қўшимча усули қуйидагича бажарилади. Иккита бир хил ўлчов колбаларига пиетка ёрдамида анализ қилинадиган эритмадан бир хил ҳажмда олинади. Сўнгра иккинчи колбага пипетка ёрдамида маълум ҳажмдаги аниқланадиган компонентнинг стандарт эритмаси қўшилади. Сўнгра ҳар бир колбага аниқланадиган компонентни рангли бирикмага айлантирадиган бир хил миқдордаги ҳамма зарур реагентлар ва чизигича дистилланган сув қўшилади. Иккала эритма ҳам аралаштирилади ва уларнинг оптик зичликлари ўлчанади. Анализ қилинадиган эритмадаги аниқланадиган номаълум концентрацияси олинган натижалар асосида қуйидаги формула ёрдамида ҳисобланади:

$$C_x = \frac{V_{cm} \cdot C_{cm}}{\left(\frac{A_1}{A_2} - 1\right) V_x}, \text{ мг / мл}$$

бу ерда V -рангли эритма тайёрлаш учун олинган анализ қилинадиган эритма ҳажми;

V_{cm} -иккинчи колбага қўшилган аниқланадиган компонент стандарт эритмасининг ҳажми;

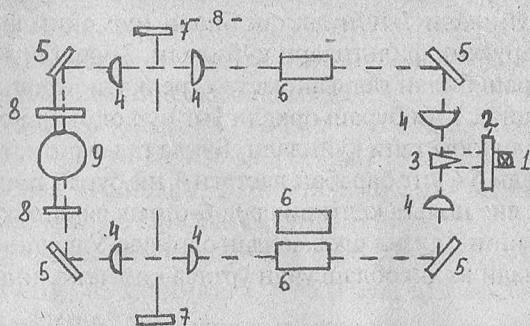
C_{cm} -аниқланадиган компонентнинг стандарт эритмадаги концентрацияси;

A_1 -биринчи рангли эритма оптик зичлиги;

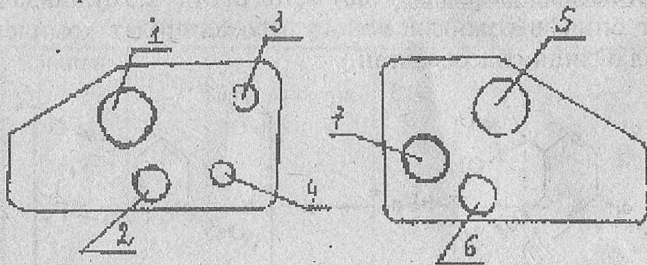
A_2 -иккинчи рангли эритма оптик зичлиги.

Оптик зичликни ўлчаш методикаси

Оптик зичликни ўлчаш учун спектрофотометрлар ва фотоколориметрларнинг турли маркаларидан фойдаланилади. Ушбу методик қўлланмада ФЭК -56 М ёрдамида оптик зичликни ўлчаш методикаси келтирилган.



1-расм. Фотоколориметр ФЭК - 56 М нинг оптик схемаси.
1-нур манбаи; 2-ёруғлик фильтри; 3-призма; 4-линзалар;
5-ясси ойналар; 6-шиша кюветалар; 7-диафрагмалар; 8-фо-
тоэлементлар.



2-расм ФЭК-56 М асбобидаги бошқарувчи дастаклар жой-
лашуви; 4-ток манбаини улаш мосламаси 5-чап барабан даста-
ги; 6-асбобнинг “нульэлектрини” тўғрилаш дастаги; 7-ёруғ-
лик фильтрларини алмаштириш дастаги.

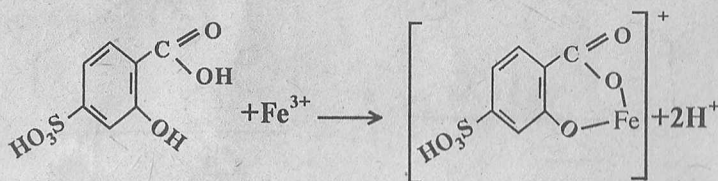
1-Асбоб трансформатор орқали ток манбаига улангач унинг “нульэлектри” тўғриланади. Бунинг учун дастак 3 ёрдамида чап ва ўнг ёруғлик оқимларининг йўли махсус парда билан беркитилади ва дастак 6 ёрдамида гальванометр стрелкаси ўртадаги қалин чизикга (нольга) келтирилади. Сўнгра яна дастак 3 ни бураб, махсус парда (шторка) очилади.

2- чап кювета ушлагичга солиштирма эритма ёки сув со-
линган кювета бутун иш давомида олинмасдан қўйиб қўйила-
ди. Ўнг кювета ушлагичларига аниқланадиган рангли эритма-
ли кювета ва солиштирма эритмали ёки сувли кюветалар қўйи-
лади. Тегишли 2-дастакни бураш билан эритмали кюветанинг
ўнг томондаги нур оқими йўлига қўйилади. Ўнг барабанни

100% - ли нур ўтказувчанлигига ёки оптик зичлиги ноль бўлган ҳолатга қўйилади 7-нчи дастак билан нур оқимлари йўлига тегишли ёруғлик филтрлари қўйилади, 3-чап барабан дастагини 5 бураш билан гальванометр стрелкаси нольга келтирилади. 4-дастак 2 ни бураш орқали ўнг нур оқимиға солиштирма эритмали кюветани қўйилади. Бунда гальванометр стрелкаси яна оғади 5 - ўнг барабан дастаги 1 ни бураб гальванометр стрелкаси яна нольга келтирилади. 6-оптик зичлик қийматини ўнг барабаннинг қизил шкаласидан олинади Ўлчашни 2-3 марта такрорланади ва ҳисоблаш учун ўртача қиймат олинади.

1-иш. КИСЛОТАЛИ МУҲИТДА Fe(III) ни СУЛЬФОСАЛИЦИЛ КИСЛОТА БИЛАН КОМПЛЕКС КЎРИНИШДА ФОТОМЕТРИК АНИҚЛАШ.

Методнинг моҳияти: Ушбу метод pH 1,8-2,5 бўлганда Fe(III) нинг бинафша рангли моносальфосалицилат комплексини ҳосил бўлишига асосланган.



Комплекс бирикма тўлқин узунлиги $\lambda=510$ нм бўлган нурни максимал ютиш қобилиятига эга. Бу тўлқин узунлигида моляр сўндириш коэффиценти $1,8 \cdot 10^3$ га тенг.

Керакли асбоблар, идишлар ва реагентлар;

- 1) Фотоколориметр ФЭК - 56 М ёки КФК - 2;
- 2) 6 та 50 мл ҳажмли ўлчов колбалари;
- 3) 1та 10 мл ҳажмли микропипетка;
- 4) 1 та 10-25 мл ҳажмли ўлчов цилиндри;
- 5) ювгич;
- 6) Fe (III) нинг 0,1 мг/ли ли стандарт эритмаси;
- 7) 10 % - ли сульфосалицил кислотаси эритмаси;
- 8) 2 н сульфат кислота эритмаси.

Анализ даражаланган график усули бўйича бажарилади:

100 мл ли ўлчов колбасига 20 мл 0,1 мг/мл ли Fe(III) нинг стандарт эритмасидан пипетка ёки бюретка ёрдамида оли-
нади ва чизигига суюлтирилади. Бунда Fe (III) нинг титри
0,02 мг/мл ли стандарт тузи эритмаси ҳосил бўлади. 50 мл ли
ўлчов колбаларига пипетка ёрдамида 1,5; 3,0; 4,5; 6,0; 7,5; мл
Fe (III) стандарт эритмаси (0,02 мг/мл) дан олинади. Ҳамма
колбаларга 1 мл дан H₂SO₄ ва 5 мл дан 10 %- ли сульфосали-
цил кислотаси қўшилади, чизигига дистилланган сув соли-
ниб яхшилаб аралаштирилади. Сўнгра тайёрланган рангли эрит-
маларнинг оптик зичликлари кўк барг рангли, ёруғлик филь-
три ($\lambda=510$ нм) ва қалинлиги $\ell=5,0$ бўлган кювета ёрдамида
ФЭК-56 ёки КФК-2 да сувга нисбатан ўлчанади. Олинган на-
тижалар бўйича даражаланган график чизилади. Бунда масш-
табни шундай танлаш керакки, график 15x15 см ли милли-
метрли қоғозга жойлашсин.

Ўлчаш ва ҳисоблаш натижалари

№	Олинган стандарт эритма V, мл	C _{Fe} мг	Эритма оптик зичлиги A _i	C _i A _i	C _i ²	A нинг ҳисоблан- ган қиймат- лари
1	1,5	0,03				
2	3,0	0,06				
3	4,5	0,09				
4	6,0	0,12				
5	7,5	0,15				

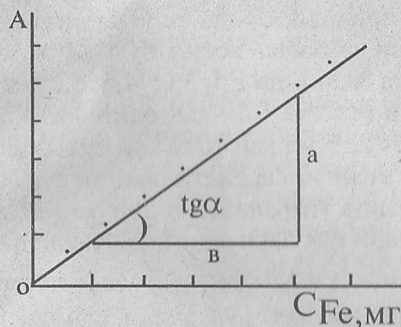
$\sum_{i=1}^5$ К коэффициентни ҳисоблаш: I-усули

$$K = \frac{\sum_{i=1}^5 C_i A_i}{\sum_{i=1}^5 C_i^2}$$

II-усули $\text{tga} = \frac{a}{b}$

$\frac{y}{x} = \frac{\text{ордината масштаби}}{\text{абсцисса масштаби}}$

$$k = \text{tga} \cdot \frac{1}{\rho}$$



Берилган контрол эритмани чизигигача дистилланган сув солиб аралаштирилади. Сўнгра ундан 50 мл ли учта колбага бир хил аликвот қисмлар олинади (қанча аликвот қисм олиш кераклигини ўқитувчи айтади), ва ҳар бирининг устига 1,0 мл 2 н H_2SO_4 ; 5,0 мл 10% -ли сульфосалицил кислота қўшилади. Чизигигача дистилланган сув солиниб аралаштирилади ва сувга нисбатан оптик зичликлари ўлчанади.

Номаълум модда миқдори қуйидагича аниқланади:

$$C_x = \frac{A_x}{K}$$

A_x - контрол эритманинг оптик зичлиги
 K - коэффициент

C_x (мг) аликвот (мл)

$X_{\text{мг}}$ - 100 мл

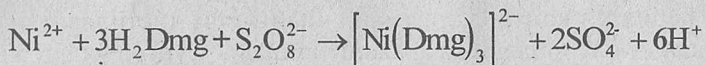
$$X_{\text{мг}} = \frac{C_x \cdot 100 \text{ мл}}{\text{аликвот қисм (мл)}} = \dots \text{мг}$$

$X_{\text{мг}}$ - контрол эритмадаги Fe (III) нинг умумий миқдори
 Fe нинг ҳақиқий миқдори ...

Абсолют ва нисбий хатолари аниқланади

2-иш. НИКЕЛНИ ДИМЕТИЛГЛИОКСИМ БИЛАН ОКСИДЛОВЧИ ИШТИРОКИДА ҲОСИЛ БЎЛАДИГАН КЎРИНИШИДА ФОТОМЕТРИК АНИҚЛАШ

Методнинг моҳияти. Бу метод Ni^{2+} - ионнинг диметилглиоксим билан ишқорий муҳитда оксидловчи иштирокида ҳосил бўладиган комплекси - қизил рангли эритмасининг оптик зичлигини ўлчашга асосланган. Оксидловчи сифатида эркин йод ёки аммоний персульфат ишлатилади. Бундай шароитда тўрт валентли никелнинг диметилглиоксимат комплекси ҳосил бўлиши аниқланган:



Комплекс бирикма тўлқин узунлиги $\lambda=470$ нм бўлган нурни максимал ютиш қобилятига эга. Бу тўлқин узунликда моляр сўндириш коэффицентни $1,3 \cdot 10^4$ га тенг. Аниқлашга қуйидаги ионлар ҳалақит беради: а) рангли ионлар ва ишқорий муҳитда гидроксидлар ҳолида чўкадиган катионлар.

Керакли асбоблар, идишлар ва реагентлар:

- 1) фотоколориметр ФЭК - 56 М ёки КФК -2;
- 2) сиғими 50 мл ли 6 та, 100 мл ли 1 та ўлчов колбалари;
- 3) сиғими 5,0 мл ли 1 та микропипетка;
- 4) сиғими 10-15 мл ли 1 та ўлчов цилиндри;
- 5) ювгич;
- 6) концентрацияси 0,01 мг/мл бўлган Ni^{2+} нинг стандарт эритмаси;
- 7) 1% - ли диметилглиоксимнинг, 5% -ли натрий гидроксиддаги эритмаси;
- 8) 20% - ли вино кислота эритмаси;
- 9) 5% - ли NaOH эритмаси;
- 10) 3% - аммоний персульфат эритмаси.

Анализ даражаланган график усули бўйича бажарилади.

50 мл ўлчов колбаларига пипетка ёрдамида 1,2,3,4,5; мл никелнинг 0,01 мг/мл ли стандарт эритмасидан олинади, ҳар

бир колбага 2 мл вино кислотасининг 20 % - ли эритмасидан, 5 мл 5% - ли NaOH эритмасидан, 2,5 мл 3% - ли аммоний персульфат эритмасидан ва 4 мл 1% - ли диметилглиоксим эритмасидан қўшилади. Ҳамма эритмаларни дистилланган сув билан чизигигача суюлтирилади ва яхшилаб аралаштирилади. Ҳар бир эритманинг оптик зичликлари яшил ёруғлик фильтри ва қалинлиги 2,0 ёки 3,0 см бўлган кювета ёрдамида ФЭК - 56 М ёки КФК - 2 асбобида сувга нисбатан ўлчанади. Олинган натижалар бўйича даражаланган график чизилади ва энг кичик квадратлар усули ёрдамида график тенгламаси ҳисоблаб топилади.

Берилган контрол эритмани чизигигача дистилланган сув билан суюлтирилади ва аралаштирилади. Сўнгра ундан 50 мл ли учта колбага бир хил аликвот қисмлар олинади (қанча аликвот қисм олиш кераклигини ўқитувчи кўрсатади) ва ҳар бирининг устига 2 мл 20% - ли вино кислотаси, 5 мл 5% - ли NaOH, 2,5 мл 3% - ли аммоний персульфати ва 4 мл дан 1% - ли диметилглиоксим эритмалари қўшилади. Чизигигача сув билан сублтириб аралаштирилади ва сувга нисбатан оптик зичликлари ўлчанади.

К коэффиценти ҳисоблаб топилади -

Sx - ҳисоблаб топилади -

Ni - нинг умумий миқдори ҳисоблаб топилади -

Ni - нинг ҳақиқий миқдори -

Абсолют ва нисбий хатолари ҳисобланади.

АТОМ - ЭМИССИОН АЛАНГАЛИ ФОТОМЕТРИЯ МЕТОДИ

Методнинг моҳияти. Атом - эмиссион алангали фотометрия методи эмиссион спектрал анализнинг вариантларидан бири ҳисобланади ва унинг асосида анализ қилинадиган модда таркибига кирувчи атомларнинг нур чиқариш спектрлари ётади.

Анализ қилинадиган модда бирон бир қулай усул ёрдамида эритилади, ўлчов колбасига ўтказилади ва тоза эритувчи ёрдамида чизигигача суюлтирилади. Ҳосил қилинган эритма пуркагич ёрдамида доимий ва бир текисда газ горелкаси алангасига пуркалади. Бунда газ горелкаси алангаси доимий бир текисда ёниб туриши шарт! Аланганинг юқори температураси таъсирида эритувчи бир зумда (бир онда) буғланади, тузнинг

ҳосил бўлган майда заррачалари атомларгача парчаланadi. Бунда атомларнинг бир қисми юқори квант энергетик ҳолатигача қўзғолади. Қўзғолган атомлар нормал ҳолатига ўтиб ҳар бир элемент учун характерли маълум тўлқин узунлигига эга бўлган нурни чиқаради.

Монохроматор ёки ёруғлик фильтри ёрдамида умумий ёруғлик оқимидан аниқланадиган элемент учун характерли маълум тўлқин узунлигига эга бўлган нурлар ажратилади. Ажратилган монохроматик нурнинг интенсивлиги фотоэлемент ёки фотокўпайтгич (фотоумножитель) ёрдамида ўлчанади. Аланганинг ёниш режими, эритманинг алангага пуркалиш тезлиги ва унинг диспергирланиш даражаси доимий бўлганда бу монохроматик нурнинг интенсивлиги ва эритмадаги аниқланадиган элемент концентрацияси орасида пропорционалликга яқин бўлган, айрим концентрациялар оралиғида чизикли функционал боғланиш мавжуд. Бу боғланиш тегишли элементни миқдорий аниқлаш учун асос бўлади.

Аланганинг ташқи совуқроқ қатламида нур чиқариш спектрининг қисман ютилиши, аниқланадиган элемент атомлари айрим қисмининг ионлаш ёки атомланишига берилмайдиган бирикмага боғланиш туфайли нурланиш интенсивлиги ва эритмадаги тегишли элемент концентрацияси орасидаги пропорционал боғланиш бузилиши мумкин.

Бу ҳодисаларнинг топиш аниқлигига ҳалақит берувчи таъсири махсус ишлаб чиқилган усуллар ёрдамида минимумга етказилади.

Алангали фотометрия методи экспресс метод ҳисобланади ва 50 га яқин элементни жуда тез аниқлашга (элемент табиатига қараб 2-4% аниқликда) имкон беради. Методнинг сезгирлиги катта ва у элемент табиатига ҳамда аралашма таркибига ҳамда аралашма таркибига боғлиқ.

Агар ёқилғи сифатида табиий газ ёки пропан ва бутан аралашмаси, оксидловчи газ сифатида сиқилган ҳаво ишлатилса аланганинг температураси 1800 - 2000⁰С (горелканинг ёниш шароитига қараб) атрофида бўлади. Бундай температурада фақат ишқорий ва ишқорий ер-металлари атомлари қўзғолган ҳолатга ўтади. Қолган элементлар эса ўзларидан нур чиқармайди ва шу билан бирга осон қўзғолган ҳолатга ўтадиган элементларга (ишқорий ва ишқорий - ер металлари) ҳалақит бермайди. Шунинг учун алангали фотометрия ишқорий ва ишқорий -

ер элементларини хилма-хил объектлардан аниқлашда алоҳида аҳамият касб этади. У геологияда, геохимияда, биологияда, медицинада, металлургияда ва химия саноатда кенг қўламда қўлланилади.

Агар қийинроқ қўзғолувчан элементларни аниқлаш талаб қилинса, у ҳолда юқори температурали аланга қўлланилади. Бунда ёқилғи сифатида ацетилен ва водород газлари, оксидловчи газ сифатида эса тоза кислород ишлатилади.

Бунда ҳам атомлар асосан, фақат нормал ҳолатга яқин бўлган квант энергетик сатҳи ҳолатигача қўзғолган ҳолатга ўтади ва шунинг учун спектрал чизиқлар соңи электр ёйи конденсирланган электр учқуни ёрдамида қўзғолган ҳолатига ўтказилгандагина қараганда жуда кўп марта камдир. Демак алангали фотометрик анализда бегона элементларнинг ҳалақит бериш эҳтимоллиги классик спектрал анализ методи билан худди шундай аниқлашларга қараганда жуда камдир. Бундан ташқари алангали қўзғолишда электр ёйи ёки электр учқуни ёрдамида қўзғолишга қараганда ҳамма йигинди нурланишлардан керакли спектрал чизиқларни ажратиш имконияти анча катта ва осонроқдир.

Аниқланадиган модда таркибига кирувчи қандайдир элемент концентрациясини аниқлаш учун фотоэлемент занжиридаги ўлчанган ток кучи қиймати (бу қиймат фотоэлементга тушаётган нурнинг интенсивлигига пропорционалдир) бўйича учта ҳар хил усулдан фойдаланилади: 1) бир ёки иккита стандарт билан солиштириш усули; 2) даражаланган график усули; 3) стандарт қўшимча қўшиш усули.

Биринчи, энг оддий ва шу билан бирга аниқлиги камроқ усул бўйича, аниқланадиган элементнинг битта стандарт эритмаси тайёрланади. Бу стандарт эритмада мумкин қадар ҳамма бегона элементлар таркиби ва миқдори тахминан анализ қилинадиган эритма таркибидек қилиб олинади. Дастлаб стандарт эритма ($V_{ст}$) алангага пуркалиб фототок кучи ўлчанади сўнгра эса худди шундай шароитда анализ қилинадиган эритма фототок кучи ўлчанади. Аниқланадиган элемент концентрацияси қуйидаги формула орқали ҳисобланади:

$$C_x = C_{ст} \cdot J_x / J_{ст}$$

бунда $C_{ст}$ ва C_x - аниқланадиган элементнинг тегишли стандарт ва анализ қилинадиган эритмалардаги концентрациялари.

Агар $J_{ст}$ нинг топилган қиймати J_x нинг қийматидан катта фарқ қилса, уҳолда топиш аниқлигини ошириш учун концентрацияси C_x га яқин бўлган иккинчи стандарт эритма тайёрланади ва ҳамма ўлчашлар такрорланади янгидан C_x ҳисобланади.

Бу усулни қўллашнинг асосий шарти шуки, бунда эритмадаги аниқланадиган элемент концентрацияси билан фотометрланадиган нурнинг интенсивлиги орасидаги пропорционалликка риоя қилишдир. Камдан кам ҳолларда бунга эришиш мумкин. Бунинг учун ҳамма бегона элементларнинг концентрациялари жуда кичик ва етарли даражада бўлиши, ҳамда ҳаёқит берувчи ҳамма факторлар тўла бартараф қилинган бўлиши керак.

Солиштириш усулининг иккинчи варианты нурнинг интенсивлиги ва элементнинг концентрацияси орасида пропорционал боғланиш бўлмай, балки концентрациянинг катта интервалидаги, контрол эритмадаги аниқланадиган элемент концентрациясини ўз ичига оладиган фақат чизиқли боғланиш бўлгандагина қўлланилади. Бу вариантда иккита стандарт эритма тайёрланади. Бу стандарт эритмалардан бирининг концентрацияси аниқланадиган элементнинг анализ қиладиган эритмадаги концентрациясидан катта, иккинчиси эса аксинча кичик бўлади ва бегона аралашмалар концентрацияси тахминан анализ қиладиган эритманикидек бўлиши керак. Бир хил шароитда иккала стандарт ва аниқланадиган эритма фотометрланади. Анализ қилинадиган эритмадаги аниқланадиган элемент концентрацияси қуйидаги формула орқали ҳисобланади:

$$C_x = C_1 \frac{J_x - J_1}{J_2 - J_1} (C_2 - C_1)$$

бунда C_1 , C_2 ва C_x - аниқланадиган элементнинг тегишли биринчи ва иккинчи стандарт ҳамда анализ қилинадиган эритмалардаги концентрациялари; J_1 , J_2 ва J_x - бу эритмаларни фотометрлангандаги гальвонометр кўрсаткичлари.

Алангали фотометрик анализ методи амалиётида аниқланадиган элемент концентрациясини аниқлашда кўпинча даражаланган график усули қўлланилади, чунки уни нурнинг интенсивлиги билан концентрация орасидаги боғланишнинг ҳамма турига

ҳам қўллаш мумкин. Бу усулнинг моҳияти қуйидагидан иборат: катта концентрациялар интервалини ўз ичига оладиган ва бир-биридан етарлича фарқ қиладиган аниқланадиган элементнинг 5 - 10 та стандарт эритмаларини тайёрланади ва кетма-кет фотометрланади. Олинган натижалар (нурнинг интенсивлиги гальвонометр кўрсаткичи орқали ифодаланган) ва стандарт эритмалардаги элементнинг аниқ концентрациялари асосида даражаланган график чизилади. Сўнгра ҳудди шундай шароитда анализ қиладиган эритма фотометрланади: ва олинган натижани тўғридан - тўғри графикга қўйиб аниқланадиган элемент концентрациясини аниқланади (агар график ҳамма концентрациялар интервалида чизиқли боғланишда бўлса, у ҳолда энг кичик квадратлар методи ёрдамида топилган даражаланган график тенгламаси асосида ҳисоблаш мақсадга мувофиқдир.)

Стандарт қўшимча қўшиш усули анализ қилинаётган элемент эритмасини, сўнгра эса аниқланадиган элементнинг концентрациясини анализ қилинадиган эритмадаги концентрациясидан маълум қийматга катта бўлган эритмасини алангага пуркалганда чиқарадиган нурнинг интенсивлигини ўлчашга асосланган. Бунда эритмадаги бегона аралашмалар концентрацияси ҳудди анализ қилинадиган эритманикига мумкин қадар яқин бўлиши керак. Айниқса бу усулни анализ қилинадиган эритмада бегона электролитлар концентрацияси юқори бўлганда ва компонентлари таркиби қилинадиган эритманикига яқин бўлган стандарт эритмалар тайёрлаш мумкин бўлмаган ҳолларда тавсия қилинади. Аммо, шу билан бирга, қўшимча қўшиш усулини ҳудди солиштириш усулидаги каби нурнинг интенсивлиги ва эритмадаги аниқланадиган элемент концентрациялар орасида пропорционал боғланиш бўлгандагина қўллаш мумкин.

Анализ қилинадиган элементни бу усул ёрдамида катта аниқликда топиш учун анализ қилинадиган эритмани бир хил миқдорда қўшимча қўшиш билан эмас, балки бир неча хил миқдордаги қўшимча қўшиш билан фотометрлаш керак. Бу усул билан анализни қуйидагича бажариш методикаси тавсия қилинади.

Ҳажми 100 мл ли учта ўлчов колбасига пипетка ёрдамида анализ қилинадиган эритмадан бир хил алиқвот қисм олинади. Сўнгра иккинчи ва учинчи колбаларга маълум ҳажмлардаги

аниқланадиган элементнинг стандарти қўшилади, колбалардаги эритмалар белгисигача дистилланган сўв билан суюлтирилади ва аралаштирилади. Кетма-кет уччала эритмани галмагалдан алангага пуркаб фотоэлементдаги токни ўлчаш билан фотометрланади.

Анализ натижаларини ҳисоблаш қуйидаги формула орқали амалга оширилади:

$$C_x = \frac{V_{ст} \cdot C_{ст}}{(J_2 | J_1 - 1) \cdot V_x},$$

бунда V_x - анализ қилинадиган эритманинг ҳар бир колбага олинган аликвот ҳажми $V_{ст}$ - анализ қилинадиган эритма аликвот қисмига қўшилган аниқланадиган элемент стандарт эритмасининг ҳажми, $C_{ст}$ - аниқланадиган элементнинг стандарт эритмадаги концентрацияси (мг/мл ёки мкг/мл) J_1 ва J_2 - стандарт қўшимча қўшилмаган ва қўшилган эритмалар алангага пуркалгандаги гальванометр кўрсаткичлари.

Агар пуркаладиган эритмадаги аниқланадиган элемент концентрацияси ва фототок кучи орасида пропорционал боғланиш бўлса, турли аликвот қисм стандарт қўшимчалар қўшилган анализ қилинадиган эритмаларни фотометрлаш натижалари асосида топилган C_x қийматлари бир-бирига жуда яқин (ёки назарий жиҳатдан тенг) бўлади.

Алангали фотометрияда ишлатиладиган асбоблар

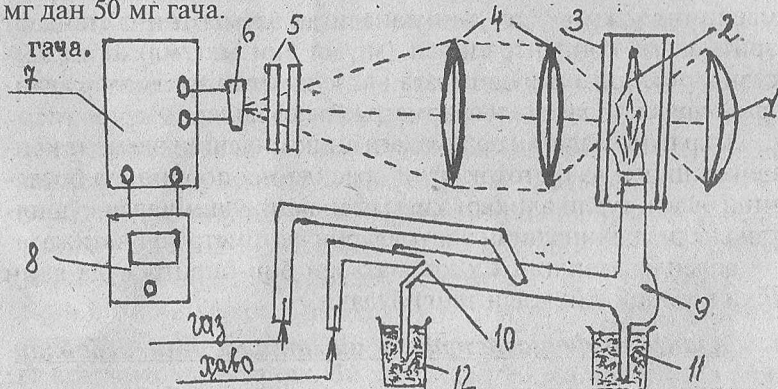
Алангали фотометрияда икки хил турдаги асбоблар ишлатилади: алангали фотометрлар ва алангали спектрофотометрлар. Биринчи турдаги асбобларда аланганинг нур чиқариш спектрларидаги керакли спектр чизиклар ёки полосаларни абсорбцион ёки интерференцион ёруғлик филтрлари ёрдамида, иккинчи турдаги асбобларда эса ёки дифракцион монохроматикларда ажратилади. Фотометрлар асосан осон қўзғалувчан ҳолатга ўтадиган ишқорий -ер элементларининг атомларини аниқлашда ишлатилади. Алангали фотометрларнинг аниқлаш доираси жуда катта эмас, аммо тузилиши ва ишлатилиши жуда ўнғай, ҳамда нархи арзондир. Алангали спектрофотометрларнинг эса аниқлаш даражаси жуда катта, 50 дан ортиқ элементларни аниқлаш мумкин. Алангали фотометр тузилиш схемаси 3-расмда келтирилган.

Алангали фотометрлар тузилиши жиҳатидан бир-биридан

турличалиги билан фарқ қилади. Бироқ тузилиши турличалигидан қатъий улар учта асосий қисмдан: 1) Горелка пуркагичи; 2) алангадан чиқаётган йўналтирилган нурлар дастасини ҳосил қилиш имконини берувчи ва ундан керакли тўлқин узунлигидаги монохроматик нурни ажратувчи оптик қисм; 3) фотоэлемент кучайтиргичи ва гальванометрдан иборат.

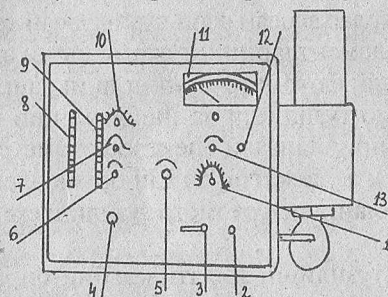
4-рамда ПАЖ-1 маркали алангали фотометрнинг олди томонидан умумий кўриниш тасвирланган.

ПАЖ - 1 асбоби натрийни (нурнинг интенсивлиги билан, тўлқин узунлиги $\lambda = 589 \text{ нм}$), калийни ($\lambda = 622 \text{ нм}$), литийни ($\lambda = 670 \text{ нм}$) ва калийни ($\lambda = 420 \text{ нм}$) алангали - фотометрик аниқлашга асосланган. Юқорида кўрсатилган ҳамма элементлар учун аниқланадиган концентрациялар диапазони 0,05 - 0,1 мг дан 50 мг гача.



Расм-3 Алангали фотометрнинг тузилиш схемаси.

1-акс эттирувчи ойна; 2-аланга; 3-иссиқликни сақловчи шиша цилиндр; 4-конденсор линзаси; 5-ёруғлик фильтри; 6-фотоэлемент; 7- кучайтиргач; 8-гальвонометр; 9-горелка; 10-пуркагич; 11-гидрозатвор; 12-пуркаладиган эритмали стакан.



Алангали фотометр ПАЖ - 1 нинг олди томонидан кўриниши.

1. “Сменешение шкалы” дастаги;
2. “Ҳаво” дастаги
3. Газ крани дастаги; 4. Улагич тумблери; 5. “Установка нуля” дастаги; 6. Сезгирлик “Плавно” дастаги; 7. “Постоянно времени” дастаги; 8. Ҳаво сарфлагичи; 9. Газ сарфлагичи; 10. “Грубо” сезгирлик дастаги; 11. Гальванометр; 12. “Шторка” дастаги; 13. “Клиноптический” дастаги;

Алангали фотометр билан ишлашда техника хавфсизлигидан кўрсатма.

1. Асбобни ўрнатиш, текшириш ва ишга тайёрлаш ишлари асбоб инструкцияси билан таниш бўлган ва шу лабораторияда хизмат кўрсатувчи лаборант томонидан амалга оширилади. Асбоб мўрили шкафага ўрнатилган бўлиши керак.

2. Ишлаётган асбобни қаровсиз қолдириш қатъиян ман қилинади!

3. Асбоб билан ишлашда унинг инструкциясида кўрсатилган улаш ва ўчириш тартибларига қатъиян риоя қилиш керак: дастлаб “ҳаво” жумраги сўнгра эса эса “газ” жумраги очилади. Асбобни ўчиришда эса дастлаб “газ” жумраги сўнгра эса “ҳаво” жумраги беркитилади.

4. Асбобнинг ишлаш жараёнида маълум бир қисмининг ишдан чиқанлиги сезилса, газ ҳиди келса, асбобга келаётган газ жумрагини дарҳол беркитиб лаборантга ёки ўқитувчига воқеани етказиш лозим.

5. Агар бирор сабабга кўра асбобдаги аланга ўчиб қолса дарҳол “газ” жумрагини беркитиш керак. “Ҳаво” жумрагини эса беркитмасдан 2-3 минутдан сўнг яна горелкани ёқиш керак.

6. Асбобни ўчиришдан олдин гидрозатворда сув борлигига ишонч ҳосил қилиш керак.

7. Асбоб ишлаётган пайтда унинг цилиндрсимон ҳимоя шишасига тегмаслик керак.

1-Контрол иш. Натрийни даражаланган график усулини қўллаш билан эритмадан алангали фотометрик аниқлаш.

Ишнинг моҳияти. Алангага натрий ионининг концентрацияси маълум бўлган бир текис ошиб борувчи бир неча стандарт эритмалари кетма-кет пуркалиб, гальванометр кўрсаткичи бўйи-

ча натрий атомларининг нурланиш интенсивлиги ўлчанади. Олинган натижалар бўйича миллиметр қоғозга даражаланган график чизилади. Бунда абсцисса ўқига натрий ионлари концентрацияси, ордината ўқига эса $\lambda=589$ нм даги нурнинг интенсивлиги қийматлари қўйилади. Сўнгра алангага анализ қилинадиган эритма пуркалади ва худди юқоридагидек шароитда ва тўлқин узунлигида ($\lambda=589$ нм) нурнинг интенсивлиги ўлчанади. Олинган натижаларни тўғридан -тўғри даражаланган графикга қўйиб натрийнинг пуркалган эритмадаги концентрацияси топилади.

Керакли асбоблар идишлар ва реагентлар: 1) ПАЖ - 1; 2) компрессор; 3) ҳажми 100 мл ли, 7 та ўлчов колбаси; 4) ҳажми 5 мл ли 1 та ўлчов пипеткаси; 5) 7 та пластмасса-дан тайёрланган стаканчалар; 6) ювгич;

Анализни бажариш усули. 1. Сиқилган ҳавони горелкага узатувчи компрессор уланади. Иш столидаги газ жумраги очилади (асбобдаги эмас!), асбобдаги горелкадан металл корпус ва ҳимоя шишаси олиниб унга ёниб турган гугурт чўпи тутилади ва асбобдаги “газ” жумраги аста - секин очилади. Газнинг узатилишни шундай регулировка қилиш керакки, унда спиральсимон барқарор аланга ҳосил қилсин. Сўнгра горелкага ҳимоя шишаси ва металл корпуси қўйилади.

2. Тумблер “тармоқ” (сеть)га уланади. Иш бошланишидан олдин асбоб камида 30 мин қиздирилиши керак.

3. Асбоб қизигунча, ўқитувчидан анализ қилинадиган эритмани 100 мл ли ўлчов колбасига олинади ва чизигигача бидистилланган сув билан суюлтирилади ва аралаштирилади. Сўнгра даражаланган график тузиш учун натрий хлориднинг стандарт эритмалари серияси тайёрланади. 100 мл ли ўлчов колбаларига пипетка ёрдамида титри 1 мг/мл бўлган натрий хлориднинг стандарт эритмасидан 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл дан олинади, бидистилланган сув билан чизигигача суюлтирилади ва аралаштирилади.

4. Асбоб қизигач ундан “Смещение шкалы” дастагини “О” ҳолатига ўрнатилади ва “установка нуля” дастагининг ёрдамида гальвонометр стрелкаси нольга келтирилади.

5. “Шторка” дастагини охиригача ўзингизга қараб тортинг. Бунда гальвонометр стрелкаси нольдан оғиши мумкин. У ҳолда

уни “Клин оптический” дастаги ёрдамида яна нольга келтирилади.

6. Сўргич капилляр тагига дастлаб дистилланган сувли кейин эса бидистиллатли стаканни қўйиб горелка ювилади, шундан сўнг сўргич капилляр тагига концентрацияси энг юқори стандарт эритмали стакан қўйилади. Асбобнинг “Чувствительность грубо” дастагини “6” ёки ундан юқори ҳолатга қўйилди, сўнгра “чувствительность плавно” дастаги билан гальванометр кўрсаткичи аниқ “100” ҳолатига тўғриланади.

7. Стандарт эритмани капилляр тагидан олиниб тирқиш беркитилади ва “установка нуля” дастаги ёрдамида гальванометр кўрсаткичини яна нольга тўғриланади.

8. Сўргич капилляр тагига бидистилланган сувли стакан қўйилади ва тирқиш очилади. Агар гальванометр стрелкаси нольдан оғган бўлса уни “Клин оптический” дастагини бураб яна нольга келтирилади. 6-8 пунктларни гальванометрнинг кўрсаткичи барқарор такрорлагунча бир неча марта қайтарилади.

9. Сўргич капилляр тагига кетма-кет бир текис ошиб борувчи концентрацияси стандарт эритмалар солинган стаканлар қўйилади ва ҳар гал гальванометрнинг тегишди кўрсаткичлари ёзиб борилади. Охирида сўргич капилляр тагига анализ қилинадиган эритмали стакан қўйилади ва гальванометр кўрсаткичи ёзиб олинади.

Иш тугаллангач асбобни лаборант қуйидаги тартибда ўчиради:

- 1) “Смещение шкалы” дастаги “Арретир” ҳолатига буралади.
- 2) Дастлаб столдаги газ жумраги, кейин эса асбобдаги газ жумраги беркитилади.
- 3) Тумблер токдан узилади.
- 4) Компрессор токдан узилади.

Ҳар бир эритмани горелка алангасига пуркашдаги чиқарилаётган нур интенсивлигини ўлчаш натижалари ва бу эритмалар концентрациялари қуйидаги жадвал шаклида ёзилади:

Стандарт эритмалар №	100 мл ли қолбага олинган эритма ($T=0,1$ мг/мл) миқдори, мл	Ҳосил бўлган эритма концентрацияси, мг/мл	Эритма горелка алангасига пуркалгандаги чиқарилаётган нурнинг интенсивлиги (гальванометр кўрсатиши бўйича).			
			1-ўлч	2-ўлч	3-ўлч	Ўрт
1						
2						
3						
4						
5						
Аниқланаётган эритма						

Даражаланган график тузиш. Олинган натижаларнинг ўртача қиймати асосида миллиметрли қоғозга даражаланган график қуйидаги масштабларда тузилади: абсцисса ўқи бўйича концентрациялар - 1,0 см 0,0002 мг/мл га тенг қилиб олинади, ордината ўқи бўйича 1,0 см гальванометр шкаласининг 10 бўлагига тенг қилиб олинади (график лаборатория журналига елиmlанади).

Анализ натижаларини ҳисоблаш. Аниқланадиган эритма концентрациясини тўғридан-тўғри даражаланган графикдан топилади (мг/мл ларда). Топилган қийматни қолбанинг ҳажми (100 мл) га кўпайтирилади ва анализ натижасини мг ларда олинади. Анализ натижаларидан абсолют нисбий хатолари топилади.

2-Контрол иш. Эритмадан кальцийни стандарт қўшимчалар қўйиш усули билан алангали фотометрик аниқлаш.

Методнинг моҳияти. Анализ қилинадиган эритмани алангага киритилади ва $\lambda=622$ нм да кальций атомлари чиқараётган нури интенсивлиги ўлчанади, сўнгра эса шунча миқдор анализ қилинаётган эритма ва унинг устига миқдори аниқ бўлган кальций тузи эритмаси солинган эритма алангага пуркалиб унинг ҳам чиқараётган нури интенсивлиги ўлчанади. Олинган натижадан анализ қилинадиган эритмадаги кальций миқдори ҳисобланади. Анализ ишончли бўлиши учун аниқлашни кальцийнинг стандарт эритмасидан бошқача миқдор қўйиш билан 1-2 марта такрорланади.

Керакли асбоб ва реагентлар. Асбоб ва идишлар худди юқоридаги 1-чи ишдаги каби. Реагентлар: титри 1 мг/мл бўлган кальций хлориднинг стандарт эритмаси.

Анализнинг бажарилиш тартиби. Ўқитувчидан олинган ана-

лиз қилинадиган эритма ёки анализ қилинадиган қаттиқ модданинг тортиб олинган миқдори 100 мл ўлчов колбасида бидистиллат билан белгисигача суюлтирилади ва аралаштирилади. Ҳосил қилинган эритмадан пипеткада аликвот қисм (25 мл) олиб 50 мл ли ўлчов колбасида бидистилланган сув билан суюлтирилади. Иккита бошқа 50 мл ли колбаларга ҳам анализ қилинадиган эритмадан аликвот қисм олиб улар устига кальций хлориднинг маълум хажмдаги (5,10) стандарт (0,2 мг/мл эритмасидан пипетка ёрдамида қўшилади ва бидистилланган сув билан белгисигача суюлтирилади.

Ҳамма тайёрланган эритмалар аралаштирилади ва юқори концентрациясидан бошлаб кетма-кет алангали фотометрда фотометрланади. Фотометрлаш усули юқоридаги 1-чи контрол ишдаги каби. Энг юқори концентрацияли эритмани фотометрлашда гальванометр стрелкаси максимал қийматига қўйилади.

Ўлчаш натижалари қуйидаги жадвал шаклида ифодаланади.

№	Қўшилган стандарт эритма, мл	Нурланиш интенсивлиги $\lambda=622$ нм			
		1-ўлчаш	2-ўлчаш	3-ўлчаш	ўртачаси
1	0,00				
2	5,00				
3	10,00				

Кальцийнинг аниқланган нитажаларини ҳисоблаш.

Аниқланадиган эритмадаги кальцийнинг миқдори қуйидаги формула бўйича ҳисобланади:

$$C_x = \frac{C_{ст} \cdot V_{ст} \cdot a_1}{(a_1 + a_2) \cdot V_x} = \text{мкг / мл}$$

Бунда $C_{ст}$ - стандарт эритма концентрацияси мкг/мл, $V_{ст}$ - анализ қилинадиган эритма аликвот қисмига қўшилган стандарт ҳажми, V_x - колбага солинган анализ қилинадиган эритма ҳажми, a_1 - анализ қилинадиган эритмага стандарт қўшимча қўшилмаганда фотометрлашдаги гальванометрлашда кўрсатиши, a_2 - стандарт қўшимча қўшилгандаги фотометрлашда гальванометр кўрсатиши.

Кальцийни аниқлашнинг иккала натижаси анализда йўл қўйилиши мумкин бўлган хатолик доирасидан чиқмаслиги керак.

Биринчи аниқлашдаги кальцийнинг миқдори мкг

Иккинчи аниқлашдаги кальцийнинг миқдори мкг

ўртачаси мкг

Кальцийнинг ҳақиқий миқдори (ўқитувчидан олинади)....мкг

Олинган натижанинг абсолют ва нисбий хатоси ҳисобланади.

АНАЛИЗНИНГ ЛЮМИНЕСЦЕНТ МЕТОДИ

Агар бирор моддага ташқаридан энергия берилса, ютилган энергия таъсирида моддани ташкил қилган атомлар ёки молекулалар қўзғолган ҳолат яъни ортиқча энергияга эга бўлган ҳолатга келади. Бу вақтда элетронлар, ортиқча энергия ҳисобига атомларнинг юқори поғоналарига ўтиб қўзғолган ҳолатда бўлади. Лекин улар қўзғолган узоқ сақланмай, қисқа вақт ичида ортиқча энергиясини чиқариб, ўзининг аввалги турғун ҳолатига келишга ҳаракат қилади.

Молекулалар ва атомлар ютган энергиясининг бир қисмини иссиқлик эмас нурланиш ҳолида чиқарса бу ҳодиса люминесценция дейилади.

Люминесцент нурланиш интенсивлиги J_ℓ анализ қилинаётган модданинг концентрацияларининг маълум интервалида шу модда концентрациясига (C) пропорционал бўлади.

$$J_\ell = K \cdot C$$

Бу боғлиқдан фойдаланиб кўпчилик моддалар миқдорий анализ қилинади. Люминесценцияни вужудга келтириш учун одатда ультрабинафша нурларидан фойдаланилади. Люминесцент метод жуда сезгир методлар қаторига киради ва унинг ёрдамида моддаларнинг кам миқдорларини (10^{-6} - 10^{-8} г/мл) аниқлаш мумкин.

Бундан ташқари кимёвий анализда баъзи люминесцент ҳоссага эга бўлган органик бирикмалар титрлаш жараёнида индикаторлар тариқасида ишлатилиши билан муҳим аҳамиятга эга. Органик моддаларнинг молекуласи кислотали ёки асосли ҳоссаларга эга бўлса, эритмада водород ионлари концентрацияси ўзгариши билан уларнинг люминесценцияси ҳам ўзгаради.

Кимёвий анализнинг титриметрик методларида бундай

бирикмалар люминесцент индикаторлар деб аталади ва эритмада моддаларнинг миқдорини аниқлаш учун жуда катта аҳамиятга эга.

Люминесцент анализ методи саноатда, қишлоқ хўжалигида, медицинада, фармакология, биология ва бошқа соҳаларда жуда кенг қўлланади.

1-иш Люминесцент титрлаш методи.

Ишдан мақсад, ҳажмий флуоресцент анализ (рН-метриянинг люминесцент варианты) методи билан танишишдан иборат. Бу методда кислота ёки ишқор миқдори люминесцент индикатор ёрдамида титрлаб аниқланади.

Керакли асбоблар, идишлар ва реагентлар: 1) люминесцент титрлаш мосламаси; 2) ультрабинафша нур чиқарувчи мослама УФО-254; 3) магнитли аралаштиргич; 4) Сигими 100 ва 250 мл ли ўлчов колбалари; 5) сигими 10 ёки 15 мл ли МОР пипетки; 6) сигими 50 мл ли бюретка; 7) сигими 100 - 150 мл ли 3 та титрлаш колбаси; 8) 0,1000 н ли хлорид кислота стандарт эритмаси; 9) тахминий тайёрланган 0,1 н ли NaOH эритмаси; 10) β-метилумбеллиферон (ёки β-нафтохинолин, акридин) нинг 0,1 % - ли спиртли эритмаси.

Тахминий тайёрланган NaOH эритмасини хлорид кислотасининг стандарт эритмаси билан люминесцент индикатор ёрдамида титрлаш.

Тахминий тайёрланган 1,0 н ли NaOH эритмасидан 25 мл олиб 250 мл ли ўлчов колбасига солинади, тамғасигача сув солиб сублтирилади ва аралаштирилади. 50 мл ли бюретка NaOH нинг тахминий тайёрланган 0,1 н эритмаси билан 2-3 марта чайилади ва шу эритма билан тўлдирилади. Титрлаш колбасига хлорид кислотанинг 0,1000 н ли стандарт эритмасидан 10,00 ёки 15,00 мл олиб 1-2 томчи β-метилумбеллиферон индикатори ҳамда аралаштиргич стержень солинади ва титрлаш колбасини люминесцент титрлаш мосламаси ичига ўрнатилган магнитли аралаштиргич ва УФО - 254 электр токига уланади. Ультрабинафша нурлари люминесцент титрлаш мосламасига ўрнатилган титрлаш колбасидаги эритмага йўналтирилади, бюреткадаги ишқор билан эритма яшил рангдан зангори равшан нурланиш ҳосил қилгунча титрланади ва сарфланган NaOH

миқдори бюретка кўрсаткичидан ёзиб олинади. Титрлашни камида уч марта такрорланди.

Титрлаш натижалари

Олинган HCl, мл	Титрлашга сарфланган NaOH, мл	pH-индикатори	Нурланиш рангининг ўзгариши
10,00			
10,00			
10,00			

NaOH эритмасининг нормаллиги қуйидаги формула асосида ҳисобланади:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{N_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}};$$

Контрол иш. Эритма таркибидаги хлорид кислота миқдорини аниқлаш.

100 мл ли ўлчов колбасида берилган контрол эритмани тамғасигача дистилланган сув билан суюлтирилади ва аралаштирилади. Титрлаш колбасига Мор пипетки ёрдамида 10 ёки 15 мл аликвот қисм олинади, устига 1-2 томчи β - метил умбеллиферон индикатори, аралаштиргич стержень солинади ва титрлашни худди NaOH нинг нормаллигини аниқлашдаги каби бажарилади.

Титрлаш натижалари

Олинган контрол эритма, мл	Титрлашга сарфланган NaOH, мл	pH-индикатори	Нурланиш рангининг ўзгариши
10,00			
10,00			
10,00			

Аниқлаш натижалари ҳисоблаш қуйидаги формула орқали амалга оширилади:

$$K - \text{та} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot \oint K - \text{та}}{1000}$$

$$\text{бунда } \oint = \frac{V_{\text{колба}}}{V_{\text{пипетка}}}$$

Ҳар бир титрлаш учун алоҳида Q_1 , Q_2 , Q_3 лар ҳисоблансин, анализ натижаларини ҳисоблаш жадвали, ҳамда абсолют ва нисбий хатолар ҳисобланади.

ПОЛЯРОГРАФИК АНАЛИЗ МЕТОДИ

Методнинг моҳияти. Электродларда бир меёردа ва аста-секин ортиб боровчи кучланиш берилганда анализ қилинадиган эритмани электролиз қилинади. Бундай электролиз жараёнида ток кучининг кучланиш қийматига боғлиқлиги асбоб (полярограф) ёрдамида чизилади. Бундай эгри чизик вольтампер эгриси ёки полярограмма дейилади. Бу анализ қилинадиган эритманинг ҳам сифат, ҳам миқдорий таркибини аниқлашга имкон беради. Электролитнинг муҳим шароитлари куйидагилардан иборат. Аввало, эритма аниқланадиган компонентнинг оксидланиш ёки қайтирилиш жараёни борадиган асосий электрод ишчи сирт майдони жуда кичик бўлиб 2-3 квадрат миллиметрдан ошмаслиги керак. Классик полярографияда бу электрод эгиловчан пластмассали шланг орқали тозаланган симобли резервуарга бириктирилган ингичка шишакапиллярдан томиб турувчи кичкина симоб томчисидан иборатдир. Иккинчи, ёрдамчи ёки солиштирма деб аталадиган электроднинг сирт юзаси эса катта бўлиши керак. Кўпинча солиштирма электрод сифатида полярографияланадиган эритмага электролитик калит орқали уланган катта тўйинган каломель электрод олинади.

Электродлардан бири жуда кичик бўлганлиги туфайли, занжирдаги ток кучи кучланиш ўзгариши билан катта ораликда ўзгарса ҳам барибир жуда кичик қийматга эгадир. Шунинг учун микроэлектродда ҳатто бир неча ўн минут давомида ўзаро таъсир этувчи модда миқдори, фарадей қонунига мувофиқ. Полярографияланадиган эритмадаги модданинг умумий миқдоридан жуда камдир. Демак, бундан, аниқланадиган модда концентрациясини узоқ вақт полярографияланганда ҳам ўзгармас деб ҳисобласа бўлади.

Ток кучининг кичик бўлишига қарамасдан, жуда кичик сиртга эга бўлган ишчи электродда ток зичлиги каттадир, лекин жуда катта сиртга эга бўлган ёрдамчи электродда эса ўта кичикдир. Шунинг учун ташқи кучланишнинг ортиши билан фақат ишчи электрод потенциали ўзгаради, ёрдамчи электрод потенциали эса деярли ўзгармайди ва унинг мувозанат қийматига эга бўлиб қолаверади.

Полярографик анализнинг сўнгги шарти куйидагича полярографияланадиган эритмага албатта полярограммаси олинандиган потенциаллар оралиғида ишчи электродда оксидланиш ёки қайтарилиш реакцияларига киришмайдиган жуда кўп миқдордаги индифферент электролит олинади. Бундай электролитни полярографик фон дейилади. Фоннинг асосий вазифаси эритманинг электр ўтказувчанлигини оширишдан ва шу билан бирга кутбсизланаётган заррачаларнинг электродлар орасида электр майдон таъсири остидаги ҳаракатининг олдини олишдан иборат. Бу заррачалар фақат диффузия таъсиридагина ҳаракатланиши керак.

Полярограмма ёки вольтампер эгриси 5 - расмда тасвирланган кўринишга эга. Полярограммадаги поғоналар ёки “тўлқинлар” сони микроэлектродларда катод ёки анод потенциалининг ортиши билан бирин-кетин борадиган турли электрод реакциялари сонига тенг. Ҳар бир тўлқин электроднинг ў ёки бу қайтарилиш жараёнига тўғри келади. Ҳар бир полярографик тўлқин учта симметрик параметрлар қиймати билан ҳарактерланади: а) ярим тўлқин потенциали $E_{1/2}$; б) чекли токнинг тўлқин баландлиги ва в) тўлқиннинг тиклиги.

Ярим тўлқин потенциали деб тўлқиннинг юқори эгик қисмининг бошланиш нуқтасига тўғри келадиган потенциал қийматига айтилади. Чекли ток - бу тўлқиннинг юқори майдончаси маълум нуқтасидаги ток кучи билан худди шундай абсциссали тоза фон (ўзида қайтариладиган ионлар ёки бирикмалар тутмаган индифферент электролит) эритмаси полярограммаси нуқтасига тўғри келувчи ток кучи орасидаги фарқдан иборат (яъни расм-5 да g ва g^1 нуқталарига тўғри келувчи ток кучлари фарқи).

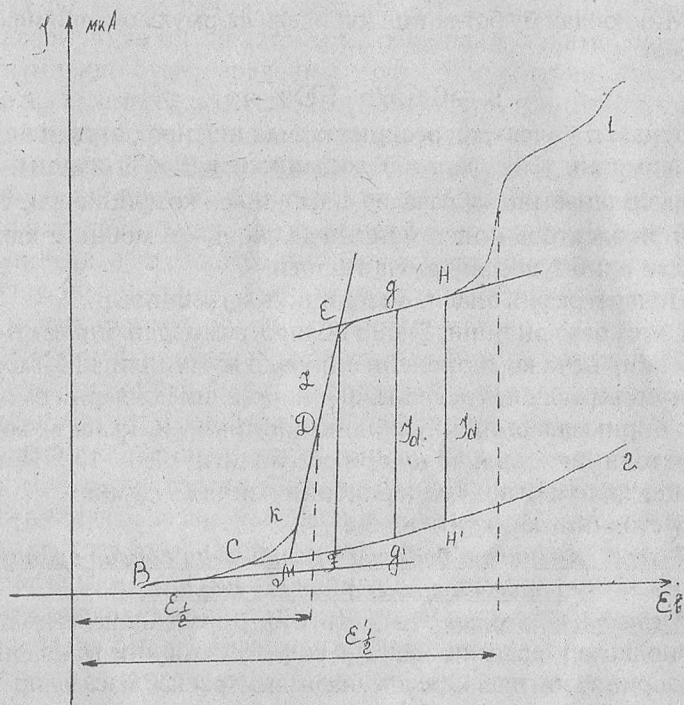
Одатда амалда тоза фон электролити полярограммаси алоҳида чизилмайди ва шунинг учун чекли токни учта ўринмалар ўтказиш усули билан аниқланади.

Тўлқиннинг пастки тўғри чизиқли (BC) қисмини чизғич ёрдамида ўнг томонга чизиб давом эттирилади (BH^1), тўлқиннинг юқори тўғри чизиқли (gH) қисмини эса аксинча чапга чизиб давом эттирилади. Сўнгра тўлқиннинг юқорилаётган тўғри чизиқлитик (KZ) қисмини иккала томонга давом эттирилиб экстраполяция қилинади. Бунинг натижасида кесишган (E ва M) нуқталар ҳосил бўлади. M нуқтадан потенциаллар (абсцисса) ўқига паралел MF чизиқ ўтказилади ва E нуқтадан бу MF

тўғри чизиққа перпендикуляр туширилади (ЕF чизиқ).

Тўлқиннинг тиклиги деб ЕМ тўғри чизиғи билан потенциаллар ўқи орасидаги тангенс α бурчакга ($\text{tg}\alpha$) айтилади. Тўлқиннинг тиклиги микроэлектродда зарядсизланаётган заррачалар ва электрод раекцияларида иштирок этаётган электронлар сонига пропорционалдир.

Ярим тўлқин потенциали электрохимёвий реакция табиати ва фон электролити табиати ҳамда концентрациясига боғлиқдир, аммо зарядсизланаётган заррачалар концентрациясига боғлиқ эмас. Агар стандарт таркибга эга бўлган фонда полярографиялаш ўтказилса ва шу фондаги турли ионлар ярим тўлқин потенциаллари жадвалидан фойдаланилса, юқорида



Расм-5. 1) Таркибида учта компонент тугган эритма полярограммасы; 2) полярографик актив ионлари ёки бирикмалари бўлган тоза фон полярограммасы.

Топилган ярим тўлқин потенциали қиймати зарядсизлана-

ётган заррачалар табиатини аниқлашга имкон беради. Бу сифат полярографик анализи моҳиятини офодалайди. Миқдорий полярографик анализ бошқа ҳамма факторлар доимийлиги шароитида чекли ток (ёки тўлқин баландлиги) ва зарядсизланаётган заррачалар концентрацияси пропорционалликка асосланган:

$$I_d = K \cdot C \text{ ёки } H = K^1 \cdot C$$

Чекли ток “К” константаси деполяризатор табиатига ҳароратга фон таркибига ва томаётган симобли электрод хараكتеристикаси “m” ва “τ” га, шунингдек томаётган электрод капиллярнинг геометрик ўлчамлари ҳамда симоб устунининг баландлигига ҳам боғлиқдир.

Миқдордан бу боғланиш қуйидаги формула орқали ифодаланади:

$$K = 0,627n \cdot F D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6}$$

бунда, n - электрод реакцияларида иштирок этувчи электронлар сони, F - фарадей доимийлиги (96489 кулон), D - зарядсизланаётган заррачалар диффузияси коэффиценти, τ - томаётган электроднинг томчилаш даври, m - симобнинг капиллярдан оқиб тушиши ўртача тезлиги.

Полярографик анализ методининг афзалликлари:

1) тез бажарилиши; 2) бир полярограммадан бир вақтнинг ўзида бир неча компонентни аниқлаш мумкинлиги; 3) методнинг универсаллиги, деярли барча аорганик ионларни ва органик бирикмаларнинг кўпчилик қисмини аниқлаш мумкин; 4) методнинг етарлича юқори сезгирлиги - $1,0 \cdot 10^{-6}$ М гача концентрацияли эритма таркибини аниқлаш мумкин.

Методнинг аниқлиги - 2-3%

1-иш. Аммиакли буферда чўкмайдиган ионлар иштирок этадиган эритма сифат анализи.

Методнинг моҳияти. Аммиакли буфер аралашмада чўкмайдиган ионалар аралашмасининг сифат таркибини ва уларнинг миқдорини аниқлаш классик анализда мураккаб масаладир. Полярография методи эса бу масалани тез ва осон ҳал этади. Рух, мис, кадмий ва бошқа ионлар 1М аммиак ва аммоний хлориддан тайрланган аммиакли буфер аралашма фонида бир-биридан камида 0,2 В га фарқ қиладиган (бундан рух ва кобальт ионлари мустасно, чунки бу фонда уларнинг ярим тўлқин потенциаллари бир-бирига жуда яқиндир) аниқ катодли полярографик тўлқин-

ларни беради. Шундай қилиб, анализ қилинадиган эритмани аммиакли буфер аралашмада полярограммаси олинади ва ярим тўлқин потенциаллари аниқланади. Аниқланган ярим тўлқин потенциаллари 1-жадвалда келтирилган тегишли қийматлари билан солиштириб, эритмада қандай ионлар иштирок этаётганлигини осон аниқлаш мумкин. Эритмада рух ёки кобальт иштирок этаётганлигини аниқлаш чун полярографикаланадиган эритманинг рангига эътибор бериш керак (кобальт аммиак билан сариқ рангли, рух эса рангсиз комплекс ҳосил қилади), ёки ярим тўлқин потенциали турлича бўладиган стандарт фон иштирокида полярограммалари чизилади.

Керакли асбоблар, идиш ва реагентлар: 1) Полярограф 2) 2 та 50 мл-ли ўлчов колбалари; 3) 5 ва 2 мл-ли ўлчов колбалари; 4) 25 мл-ли автоматик равишда тўладиган бюретка, (аммиакли буфер аралашма учун); 5) аммиакли стандарт буфер аралашма; 6) ювгич; 7) натрий сульфит тузининг тўйинган эритмаси 8) 0,1 % - ли желатина эритмаси.

Анализнинг бажарилиши усули. 50 мл ли ўлчов колбасидаги контроль эритмага бюретка ёрдамида 25 мл аммиакли буфер 2,5 мл натрий сульфит эритмаси ва 1,0 мл желатина эритмаси қўйилади, сўнгра колбанинг белгисигача дистилланган сув солиб суюлтирилади. 4-5 минутдан сўнг тайёрланган эритманинг полярограммасини олишга киришилади.

Полярограф иш бошлашдан камида 30 мин. олдин электр токига уланган бўлиши ва асбобнинг тўла иш ҳолатида эканлигини лаборант ёки ўқитувчи текшириши керак.

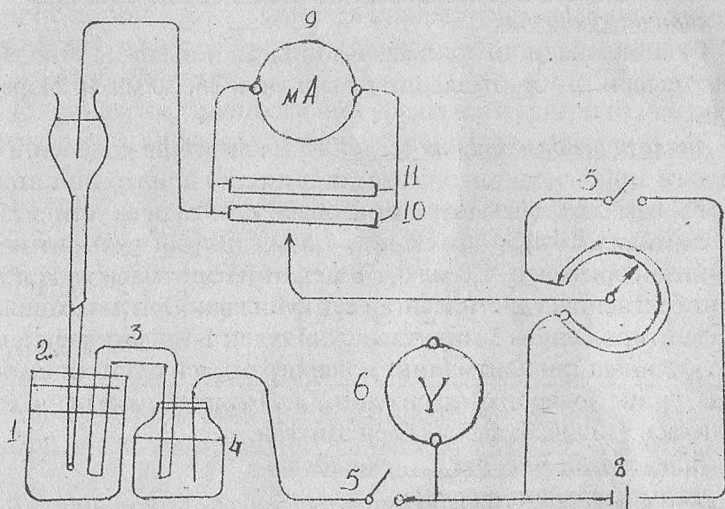
Полярограф датчиги ишга қуйидагича тайёрланади: дастлаб симоб томчиларини йиғиш учун капилляр тагига сувли стакан қўйилади ва симобли резервуарни пастки ҳалқадан олиб юқори ҳалқага ўрнатилади. Электролитик калитнинг эритмага ботириладиган қисмини ва томчилаётган симобли микроэлектрод капиллярини яхшилаб дистилланган сувда ювилади, сўнгра қуруқ қўлсиз фильтр ёрдамида авайлаб артилади (электролитик калит ва капиллярнинг ишчи сиртлари тоза ва қуруқ бўлиши керак). Симобнинг бир текис томаётганлиги текшириб қўрилади. Тоза электролизер аниқланадиган эритма билан 2-3 марта чайилади ва электролизернинг ингичка қисми шу эритма билан тўлдирилади. Автоматик ўзи ёзадиган гальванометр қаламини дастлабки (яъни қоғоз лентасининг ўнг четига) ҳолатига ўрнатилади. “Ток диапозонини” “40” (1:1) ҳолатига қўйилади.

Дастак ва кнопкалар ёрдамида кучланишни 1,7 В га ўрнатилади ва электролизер уланади. “Ток диапозони” қайта улагични шундай ҳолатга ўрнатиладики, бунда ўзиёзгич (самописец) қалами қоғоз лентасининг эни бўйлаб ҳаракатлансин, лекин унинг чегара доирасидан чиқиб кетмасин. Бошланғич кучланишни 0,2 в га ўрнатилади. Бунда ўзи ёзгич қалами лентанинг ўнг четига қайтиш, аммо унинг чегарасидан чиқиб кетмаслиги керак. Акс ҳолда қаламни дастлабки ҳолатга ўрнатишга тўғри келади. Булардан сўнг эса полярограммани олишга киришилади. Бунинг учун етарли ёйилма (развертка) амплитудаси ва керакли ёйилма тезлиги ўрнатилади, қаламни қоғоз лентасига туширилади, лентани ҳаракатга келтирувчи мотор уланади ва қалам қалин горизонтал чизиқга етиши биланоқ “пуск” кнопки босиб қўйилади (бунда ёйилма уланади).

Полярограмма олиниб бўлгач “Тўхтатгич” (“Стоп”) кнопки ва “Тушириш ёйилмаси” (Сброс развертки) кнопки босилади, сўнгра тегишли кнопки босиб лента ҳаракати тўхтатилади. “Имитатор-датчик” қайта улагичдаги қора кнопки босиб датчик ўчирилади. Электролизер датчикдан ажратилади ва унинг ичидаги симоб ҳамда эритма, сувли стаканга қўйилади, капилляр ва электролитик калитнинг ишчи сиртлари дистилланган сув билан яхшилаб ювилади ва фильтр қоғози ёрдамида артиб қурилади.

Олинган полярограммани қайта ишлаш. Олинган полярограмманинг юқорисига “Анализ қилинадиган эритманинг аммиакли буфер (1М аммиак ва 1 М аммоний хлорид) аралашма фонида олинган полярограммаси”. Полярограмма олинган сана (кун, ой ва йил) кўрсатилади. Чизгич ёрдамида координата ўқлари чизилади. Полярограмманинг юқорисига “Анализ қилинадиган эритманинг аммиакли буфер (1 М аммиак ва 1 М аммоний хлорид) аралашма фонида олинган полярограммаси”. Полярограмма олинган сана (кун, ой ва йил) кўрсатилади. Чизгич ёрдамида координата ўқлари чизилади. Полярограмманинг бошланиш нуқтасини ва масштабини билган ҳолда абсциссалар ўқиға потенциаллар қийматлари (0; 0,1; 0,2;.....1,8 в), ординаталар ўқиға эса-ток қийматлари (мкА) қўйилади. Ҳар бир тўлқиннинг юқорилаётган тик қисмининг ўртасидан потенциаллар ўқиға перпендикуляр туширилади ва ярим тўлқин потенциаллари қиймати 0,02 в аниқликда топилади. Ярим тўлқин потенциалининг ҳамма тўлқинлар учун топилган қий-

матлари қалам билан полярограмманинг тегишли тўлқинларга ва журналга ёзилади. Полярограмма журналга елиmlанади.



Расм 6. Оддий полярографик қурилма схемаси.

1-Электролизёр; 2-Томиб турадиган микроэлектрод; 3-электролитик калит; 4-каломель электроди; 5-Улагич; 6-вольтметр; 7-кучланиш тақсимловчиси; 8-аккумулятор; 9-микроамперметр; 10-сезгирлик шунти; 11-сезгирлик шунтига уланган қўшимча қаршилик.

2-иш. 1-ишдаги анализ қилинган эритманинг миқдорий таркибини биринчи стандарт билан солиштириш методи орқали аниқлаш.

Аниқлаш принципи қуйидагича; анализ қилинадиган эритма полярограммаси олинган шароитда, худду шундай сифат таркибга эга бўлган ва компонентлари концентрациялари анализ қилинадиган эритма компонентлари концентрацияларига яқин бўлган стандарт эритма полярограммаси олинади. Иккала полярограммадаги ҳамма тўлқинлар баландликлари ўлчаниб, аниқланадиган эритмадаги номаълум концентрациялар, депо-

ляризатор концентрацияси ва тўлқин баландлиги орасидаги пропорционаллик қонуни асосида ҳисобланади.

Керакли асбоблар, идиш ва реагентлар худди 1-ишдаги каби ва қўшимча:

1) аниқланадиган эритмадан топилган ионлар стандарт эритмалари. Бу эритмаларни ўлчаш учун 25, 50 мл ли бюреткалар.

Анализнинг бажарилиш усули. 50 мл ли ўлчов колбасига 1-ишдаги аниқланадиган эритмадан топилган ионларнинг стандарт эритмаларидан маълум миқдордан қуйилади ва устига 25,0 мл аммиакли буфер аралашма, 2,5 мл натрий сульфитнинг тўйинган эритмаси, 1,0 мл 0,1% желатина эритмаси ва колбанинг белгисигача дистилланган сув қуйилади. Эритма яхшилаб аралаштирилади ва 5 минутдан сўнг худди 1-ишдагикаби анализ қилинадиган эритманинг полярограммаси олинган шароитда, унинг полярограммаси олинади. Полярограмма олиш методикаси 1-ишда батафсил баён этилган.

Тайёрланган мис, рух стандарт эритмаларининг таркиби.

50 мл ли ўлчов колбасига бюреткалардан: мис.....мл, рух....мл, ва ҳоказо эритмалари олинади. Юқорида қайд қилинган ҳамма катионлар ҳар бирининг концентрациялари 0,01 М га тенг. Шу колбанинг ўзига 25 мл аммиакли буфер 2,5 мл натрий сульфит тўйинган эритмаси ва 10 мл, 0,1 % ли желатина эритмаси солинади. Ҳосил бўлган эритма дистилланган сув билан колбанинг белгисигача суюлтирилади ва яхшилаб аралаштирилади. Эслатма: Ҳамма аниқланадиган катионларнинг қўшилган стандарт эритмаларининг умумий ҳажми 22 мл дан ошмаслиги керак. Тайёрланган стандарт эритмадаги ҳар бир катионнинг концентрацияси қуйидаги формула орқали ҳисобланади:

$$C_{Me} = M_{ст} \cdot V_{ст} \cdot A_{Me} / 50 \text{ мг / мл}$$

бу ерда $M_{ст}$ - катионнинг дастлабки стандарт эритмасининг молярлиги;

$V_{ст}$ - катионнинг дастлабки стандарт эритмасидан қўшилган ҳажми; A_{Me} - катионнинг атом массаси; 50-ўлчов колбаси ҳажми.

1- ва 2- ишда олинган полярограммаларни қайта ишлаш.

Полярограммага координата ўқлари чизилади ва потенци- аллар шакаласи абсциссалар ўқиға жойлаштирилади. Поляграм- манинг юқорисига”..... ионлари стандарт эритмасининг амми- акли буфер стандарт эритмаси фонида олинган полярограмма- си деб ёзиб қўйилади.

Тўлқинлар баландликларини ўлчаш натижалари ва стандарт эритмадаги аниқланадиган ионлар концентрациялари

Эритма	Тўлқин баландлиги Н, мм ларда				Аниқланадиган ионлар кон- центрацияси С _{ме} мг/мл ларда				
	Си	Cd	Ni	Zn	Си	Cd	Ni	Zn	
Стандарт									
Аниқла- надиган.									

Аниқланадиган ионлар концентрацияларини аниқлаш нати- жалари ва уларнинг намунадаги умумий миқдорини ҳисоблаш

Ҳар бир ионнинг концентрациясини қуйидаги формула ёр- дамида ҳисобланади:

$$C_x = C_{ст} \cdot N_x \cdot /N_{ст}$$

топилган концентрацияни ўлчов колбасининг ҳажмига кўпайтириб ионнинг намунадаги миллиграмларда ифодалан- ган умумий миқдорини аниқланади.

Анализ натижалари: мг. топилди.

Эслатма : Агар тайёрланган стандарт эритмадаги алоҳида катионлар концентрацияси аниқланадиган катионлар концен- трациясидан кескин фарқ қилса, уҳолда янги стандарт эритма тайёрланади ва унинг полярограммаси олинади.

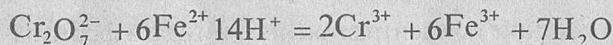
Стандарт аммиакли буфер фонида айрим анорганик ион- ларнинг ярим тўлқин потенциаллари

Катион	E _{1/2}	Катион	E _{1/2}	Катион	E _{1/2}
Мис (I)	-0,24	Палладий(II)	-0,72	Кобальт(II)	-1,38
Мис-(II)	-0,54	Ванадий (Y)	-0,97	Рух	-1,36
Кадмий	-0,81	Ванадий (Y)	-1,26	Манган(II)	-1,65
Таллий(I)	-0,48	Никель	-1,10		

БИР ИНДИКАТОР ЭЛЕКТРОДИ БИЛАН АМПЕРОМЕТРИК ТИТРЛАШ МЕТОДИ

1-ИШ. МОР ТУЗИ СТАНДАРТ ЭРИТМАСИ БИЛАН ТУҒРИДАН-ТУҒРИ АМПЕРОМЕТРИК ТИТРЛАБ КУЧЛИ ОКСИДЛОВЧИЛАР МИҚДОРИНИ АНИҚЛАШ

Ишнинг моҳияти: оксидловчининг анализ қилинадиган эритмаси аликвот қисмини сульфат кислота иштирокида Fe(II) (мор) тузи эритмаси билан аниқ амперометрик титрлашдан иборат. Титрлашнинг охири нуқтасини рт индикатор электродининг потенциали 0,9-1,0 в га (тўйинган каломель электроди) тенг бўлгандаги Fe(II) ионларининг пайдо бўладиган электрооксидланиш токидан аниқланади. Титрантнинг ҳаво кислороди билан оксидланишга етарлича барқарор эмаслиги туфайли унинг аниқ нормаллиги калий бихроматнинг бирламчи стандарт эритмаси ёрдамида дастлаб титрлаб олинади. Fe(II) ва бихромат ионлари ўртасида реакция қуйидагича содир бўлади:



Ушбу метод ёрдамида аниқ ва етарлича селективлик билан кучли оксидловчиларнигина эмас, балки осон ва миқдоран эквивалент миқдордаги кучли оксидловчига айлантириш мумкин бўлган ҳар қандай ионлар ёки молекулаларни (масалан, аммоний персульфатнинг ортиқча миқдори билан катализатор сифатидаги кумуш ионлари иштирокида қиздирилганда,

Mn^{2+} , Cr^{3+} , VO^{2+} , Te^{+} , Ce^{3+} , ионлари осон ва тўла

MnO_4^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, VO_3^- , Te^{3+} , Ce^{4+} , ионларига айланади) аниқлаш мумкин. Персульфатнинг ортиқча миқдори бир оз қайнатиш ёрдамида йўқотилади. Ушбу метод ёрдамида икки ёки учта оксидловчилар аралашмасини ҳам алоҳида-алоҳида аниқлаш мумкин. Керакли асбоблар, идишлар ва реагентлар

- 1) Платина индикатор электроди билан амперометрик титрлашни ўтказувчи қурилма.
- 2) Сифими 250 мл ли 3 та ўлчов колбалари;
- 3) Сифими 25-50 мл ли 1 та ўлчов цилиндри;
- 4) Сифими 25 мл ли 1 та бюретка;
- 5) Сифими 20 ёки 25 мл ли 1 та пипетка;

- 6) Сигими 250-300 мл ли 3та титрлаш стаканлари;
- 7) 1 та ювгич (суви билан);
- 8) 0,23-0,30 н ли Мор тузи стандарт эритмаси;
- 9) 0,25 н ли калий бихроматнинг бирламчи стандарт эритмаси;
- 10) 6 н ли сульфат кислота.

Иш учун зарур бўлган стандарт эритмаларни уларнинг юқори концентрацияли эритмаларидан тайёрлаш.

Тахминан 0,025-0,030 н Мор тузи эритмасини тайёрлаш учун 250 мл ли ўлчов колбасига унинг 0,25-0,30 н эритмасидан 25 мл олиб, белгисигача дистилланган сув қуйилади ва эритма аралаштирилади, Калий бихроматнинг стандарт эритмасини тайёрлаш учун 0,25 н ли стандарт эритмасини аниқ 10 марта суюлтириб тайёрланади: 25 мл 0,25 н калий бихромат эритмасини пипетка ёрдамида олиб 250 мл ли колбасига солинади ва белгисигача дистил сув билан суюлтирилади, ҳосил бўлган эритма яхшилаб аралаштирилади.

Тахминий тайёрланган 0,25 н ли Мор тузи эритмасини калий бихроматнинг стандарт эритмаси билан стандартлаш.

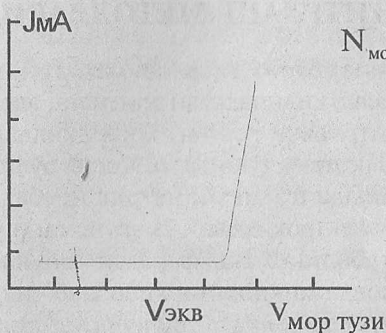
Титрлаш стаканига пипетка ёрдамида 25 мл кали бихроматнинг стандарт эритмаси, ўлчов цилиндри билан 20 мл 6 н сульфат кислота ва тахминан 150-200 мл гача дистилланган сув қўйилади. Эритмали стакан ичига аралаштиргич стержень солинади ва стаканни магнитли аралаштиргич столи марказига ўрнатилади. Электролитик калит ва Pt- электрод эритма ичига туширилади (Электрод ва электролитик калит стакан тубига тахминан 1,0 см етмай туриши керак). Магнитли аралаштиргич уланади ва аралаштиргич тезлиги бошқариб турилади яъни бунда эритманинг аралаштириш тезлиги катта бўлсин, лекин эритмада ўрама ҳосил бўлмасин). Бюреткани Мор тузи эритмаси билан тўлдирилади. Асбобнинг сезгирлигини максимал ҳолатга, яъни "4" га қўйилади, гальванометрда эса "1:10" га қўйилади. Электродлардаги кучланишни вольтметр ёрдамида 0,8-0,9 в га келтирилади. Сўнгра титрлашга киришилади. Дастлаб бюреткадан 5 томчи титрант қўшилади ва гальванометрстрелкаси маълум нуқтада тўхтагач бюретка ва гальванометр кўрсаткичлари ёзиб олинади. Сўнгра яна 5 томчи титрант қўшилади ва натижалар яна ёзиб олинади. Агар бу ҳолда ток кучи ўзгарса, яна 5 томчи титрант қўшилади ва яна бюретка ҳамда гальванометр кўрсат-

кичлари ёзиб олинади. Ток кучи доимий бўлгунча ушбу ҳол қайтарилаверади (одатда, занжирдаги токнинг доимийлиги 2-чи марта титрант қўшилгандаёқ кузатилади). Бундан кейин титрантни томчилатиб қуйилади, лекин гальванометр стрелкаси ҳаракатга келмагунча бюретка кўрсаткичи ёзиб олинмайди. Гальванометр стрелкаси барқарор ҳаракатланиб ток кўпая бошлаган пайдан 2-4 томчидан титрант қўшилади ва бюретка ҳамда гальванометр кўрсаткичлари ёзиб олинади. Титрлашни яна 6-7 та ортиб боровчи ток қиймати олингунча давом эттирилади. Аралаштиргич тўхтатилади, электродлар эритмадан юқорига кўтарилади, титрланган эритмали стакан асбоб устидан олинади ва электродларнинг эритмага ботирилган қисми ювгич ёрдамида дистилланган сув билан ювилади (бунда электродлар тагига бўш стакан қўйилса, ювилаётганда сув ўша стаканга оқиб тушади).

Титрлашни калий бихроматнинг стандарт эритмаси билан яна 2-3 марта такрорланади. Титрлаш натижаларини жадвал шаклида ёзилади. Ҳар бир титрлашга мл $K_2Cr_2O_7$ нормаллиги бўлган эритмаси олинади.

I титрлаш		II титрлаш		III титрлаш		IV титрлаш	
V мор тузи мл	J, мА	V мор тузи мл	J, мА	V мор тузи мл	J, мА	V мор тузи мл	J, мА

Жадвал натижалари учун давтардан камида 25-30 қатор жой қолдиринг! Олинган натижаларни миллиметрли қоғозга чизинг. Масштаби қуйидагича: 0,1 мл 5 мм га, 1 мА - 2 мм га тенг, ҳамма титрлаш эгриларини ўлчови 20 x 30 см бўлган битта миллиметрли қоғозга чизинг. Титрлаш эгриларининг устига “Калий бихроматни Мор тузининг стандарт эритмаси билан титрлаш эгриси” деб ёзилсин. Эквивалент нуқтани уринмалар кесишган жойидан абсцисса ўқига перпендикуляр тушириб топилади. Стандартланаётган Мор тузининг аниқ нормаллиги V экв ўртача қийматидан қуйидаги формула орқали ҳисобланади:



$$N_{\text{мор тузи}} = \frac{N_{K_2Cr_2O_7} \cdot V_{K_2Cr_2O_7}}{\bar{V} \text{ экв. мор тузи}}$$

Аниқланадиган Мор тузи нормаллиги н, га тенг.

Контрол иш. Кучли оксидловчини (қайси эканлигини кўрсатинг) аниқлаш.

Аниқлаш методикаси. Ўқитувчидан олинган контрол эритма ўлчов колбасининг чизигигача дистилланган сув билан суюлтирилади ва аралаштирилади. Ҳар бир титрлашга Мор пипеткаси ёрдамида 20 ёки 25 мл контрол эритмадан олинади, устига 20 мл 6 н H_2SO_4 қўшилади. 150-200 мл гача сув билан суюлтирилади. Титрлаш методи худди Мор тузи нормаллигини аниқлашдаги каби бажарилади. Юқоридаги каби титрлаш эгрлари чизилади. Аниқлаш натижаларини ҳисоблаш қуйидаги формула орқали ҳисобланади:

$$Q_{K_2Cr_2O_7} = \frac{V_{\text{МОР ТУЗИ}} \cdot N_{\text{МОР ТУЗИ}} \cdot \bar{E}_{K_2Cr_2O_7} \cdot f}{1000} = \dots \text{г}$$

$$\text{бунда } f = \frac{V \text{ колба}}{V \text{ пипетка}}$$

Ҳар бир титрлаш учун алоҳида Q_1 , Q_2 , Q_3 лар анализ натижаларини ҳисоблашларини ҳисоблаш жадвали ва абсолют, нисбий хатолар ҳисобланади.

Титрлаш натижаларини жадвалга қуйидаги шаклда ёзиш керак.

№	Олинган тиосульфат, мл	Ток кучи A! mA	t, сек	Топилган тиосульфат мг	Топилган нормаллик қиймати

Натрий тиосульфат нормаллиги қуйидаги формула билан ҳисобланади:

$$N_{т.с} = \frac{J \cdot t}{96485 \cdot V} \text{ экв / л}$$

J - ток кучи mA, t - электролиз вақти секунд, V - титрлаш учун олинган (мл) тиосульфат эритмасининг ҳажми.

$$\text{Ҳисоблаш: } N_{т.с} = \frac{\dots\dots\dots}{96485 \cdot \dots\dots\dots} \dots\dots \text{ экв / л}$$

Контрол иш. Эритмадан тиосульфат миқдорини аниқлаш.

Берилган эритмани колба тамғасигача сув билан суюлтириб, аралаштирилади. Бундан кейин худди ўқув ишидагидек ишлар бажарилади. Титрлаш натижаларини ҳам юқоридаги 1-жадвал шаклида тўлдирилади. Натрий тиосульфатни аниқлаш натижаси қуйидаги формула билан ҳисобланади.

$$P = \frac{J \cdot t \cdot \text{Эт.с} \cdot \oint}{96485} \text{ мг}$$

J - ток кучи, mA; t - электролиз вақти, секунд; Эт.с - натрий тиосульфат эквивалент массаси; \oint - аликвот кўпай-

$$\text{тирувчи} = \frac{V_k}{V_n}$$

Ҳисоблаш натижалари

Топилган натрий тиосульфат мг

Жавоби мг

Хатолик %

ЛАМПАЛИ pH - МЕТР-МИЛЛИВОЛЬТМЕТР ЁРДАМИДА ПОТЕНЦИОМЕТРИК КОМПЕНСАЦИОН ТИТРЛАШ МЕТОДИ

Методнинг моҳияти. Потенциометрик титрлаш методи титрланувчи ёки титрловчи ионга нисбатан (қўшилган титрант ҳажмига қараб) электрод потенциалининг ўзгаришига асосланган. Эквивалент нуқтани 1-2 томчи титрант қўшилганда потенциалнинг кескин ўзгаришпайтидан топилади.

Потенциометрик титрлашда индикатор электрод эритмада иштирок этаётган ионлар табиатига ва бораётган реакциянинг турига қараб танланади. Оксидланиш-қайтарилиш реакцияларида платина индикатор электроди қўлланилади. Кислота асосли титрлашларда шиша электрод ёки хингидрон электроди қўлланилади. Чўктириш ёки комплекс ҳосил бўлиш реакциялари асосидаги титрлашларда, одатда, потенциаллари титрланувчи ёки титрловчи ионлар концентрацияси ёрдамида аниқланадиган биринчи тоифа электродлари, иккинчи тоифа электродлари ёки мембранали электродлардан фойдаланилади.

Солиштирма электрод сифатида кўпинча тўйинган каломель электрод ёки кумуш хлоридли, қўлланилади.

Фосфат кислотасини натрий гидроксид эритмаси билан компенсацион потенциометрик титрлаш.

Керакли асбоблар, идишлар ва реагентлар. 1) Лампали pH метрмилливольтметр; 2) шиша электрод ва кумуш хлоридли электроддан тузилган датчик; 3) магнитли аралаштиргич; 4) сиғими 150 мл ли 3 та титрлаш стаканлари; 5) ювгич; 6) сиғими 20 ёки 25 мл ли 1 та пипетка; 7) сиғими 200 ёки 250 мл ли 3 та ўлчов колбалари; 8) сиғими 25 мл ли 1 та бюретка; 9) 0,1000 н HCl стандарт эритмаси; 10) тахминан 0,1 н фосфат кислота эритмаси; 11) 0,1 н натрий гидроксид стандарт эритмаси.

Ишнинг бажарилиши усули. Асбобнинг " t^0 ", " \pm " ва ўлчов диапазони ($pH = -1-19$) кнопкаларини босиб сўнгра уни тумблер ёрдамида тоқга уланади. Иш бошлангунга қадар асбоб камида 5 мин қизиши керак. Титрлаш стаканига пипетка ёрдамида 20 ёки 25 мл титрланадиган кислота (фосфат ёки хлорид кислотаси) ва шу стакан ичига авайлаб аралаштиргич сержень туширилади. Эритма тахминан 50 мл гача дистилланган сув билан суюлтирилади. Электродларнинг эритмага ботирила-

диган қисми ювгич ёрдамида ювилади. Титрлаш стакани эритмаси билан магнитли аралаштиргич устига қўйилади ва эритмага электродлар туширилади. Бундан электродлар идиш тубига тахминан 1 см етмай туриши, ва шу билан бирга эритмага 1,0 - 1,5 см ботирилган бўлиши керак.

Бюретка натрий гидроксид стандарт эритмаси билан тўлдирилади ва штативга маҳкамланиб титрлаш стаканига тўғриланади. Магнит аралаштиргич электр токига уланади ва аралаштириш тезлиги бошқарилиб турилади. Бунда ҳаво ўрамаси ҳосил бўлмаслиги керак.

РХ кнопкаси босилади ва 1-2 минутдан сўнг титрланаётган эритманинг дастлабки рН и ёзиб олинади. Титрлашда дастлаб 4-5 мл дан, рН ўзгариши тезлашгач эса 1 мл дан олинади ва ҳар бир титрант қўшилгандан сўнг бюретка кўрсатиши ва рН ёзиб борилади. РН ўзгариши камайгач иккинчи сакрама бошлангунга қадар 2-3 мл дан қўшилади, сўнгра яна 1 мл дан қўшилади ва титрлашни иккинчи сакрама тугагунча давом эттирилади. Биринчи титрант сарфланиши график ёки ҳисоблаш усули ёрдамида аниқланади. Қайта аниқ (иккинчи, учинчи в ҳ.к.) титрлашларда, биринчи титрлашда топилган эквивалент нуқтага тахминан 0.5 мл каммиқдордаги титрантни бюреткадан титрлаш қолбасига қўшилади. Сўнгра тегишли кнопка босилиб аниқ рН лар шкаласи уланади ва бюретка кўрсаткичи ҳамда рН қиймати ёзиб олинади. Титрлашни 2 томчидан томизиб давом эттирилади ва ҳар 2 томчидан кейин умумий томчилар сони ва рН кўрсаткичи ёзиб олинади. Томчилаб титрлашни биринчи сакрама тугалланиб, эритма рН и 2 томчидан деярли ўзгармагунча давом эттирилади ва яна бюретка кўрсаткичи ҳамда рН қиймати ёзиб олиниб 2-чи экв. нуқтага 0,5 мл қолгунча бюреткадан титрант қўшилади. Бюретка кўрсаткичи ва рН қиймати ёзиб олинади, сўнгра 2 томчидан титрлашни давом эттирилади. Ҳар гал қўшилган томчилар сони ва рН қиймати ёзиб борилади. Иккинчи сакрама тугаллангач титрлаш тўхтатилади, охири 2 томчидан сўнг бюретка кўрсаткичи ва тегишли рН қиймати ёзиб олинади. Ҳар гал титрлаш тугаллангандан кейин эритмани янгилаш олдидан албатта занжирдаги қора кнопка (9) босиб қўйилади.

Ўқув иши. 0,1 н хлорид кислотасининг стандарт эритмаси ёрдамида натрий гидроксид эритмасини стандартлаш.

Титрлаш стаканига пипетка ёрдамида 20 мл 0,1 н HCl (ёки H_2SO_4) стандарт эритмасидан олинади ва уни юқорида келтирилган методика асосида NaOH нинг стандартланадиган эрит-

маси билан титрланади. Титрлашни камида уч марта такрорланади.

Хлорид кислотани NaOH билан титрлаш натижалари

1-титрлаш		2-титрлаш		3-титрлаш	
V _{NaOH} , мл	pH	V _{NaOH} , мл	pH	V _{NaOH} , мл	pH

Жадвал натижалари учун дафтардан камида 25-30 қатор жой қолдилинг!

Эквивалент нуқтада сарфланган титрантнинг ўртача миқдори V_{NaOH}=..... мл

NaOH нормаллигини ҳисоблаш: қуйидаги формула асосида амалга оширилади:

$$N_{HCl} \cdot V_{HCl} = N_{NaOH} \cdot V_{NaOH}$$

Контрол иш. Фосфат кислота миқдорини аниқлаш.

Аниқлаш усули юқорида келтирилган. Ўлчов колбасидаги контроль эритмани (чизигигача) белгисигача дистилланган сув билан суюлтирилади ва аралаштирилади. Пипетка ёрдамида али-вот қисм олиб титрланади. Титрлашни камида уч марта такрорлаш керак. Титрлаш натижалари жадвал ёзилади. Фосфат кислотаси миқдорини 1- ва 2- эквивалент нуқталаридан, қуйидаги формуладан фойдаланиб топилади:

$$Q_{H_3PO_4} = \frac{N_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot \varepsilon_{H_3PO_4} \cdot V_{колба}}{1000 \cdot V_{пипетка}}$$

а) биринчи экв.нуқта учун $\varepsilon_{H_3PO_4} = \frac{M}{1} = \frac{98}{1} = 98$

б) иккинчи экв.нуқта учун $\varepsilon_{H_3PO_4} = \frac{M}{2} = \frac{98}{2} = 49$

Биринчи эквивалент нуқтадан фойдаланиб топилган натижа аниқроқ ҳисобланади. Топилган фосфат кислота миқдори мг, ҳақиқий қиймати мг.

Аниқлаш хатоси%

АДАБИЁТЛАР

1. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии. М. Мир 1979.
2. Фриц Дж., Шенк Г. Количественный анализ. М. Мир, 1979.
3. Бончев П.Р. Введение в аналитическую химию. Л. Химия 1978.
4. Васильев В.П. Аналитическая химия. Часть II. М., Высшая школа 1989.
5. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия. Часть I и II. М., Химия 1990.
6. Дорохова Е.Н. Прохорова Г.В. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа. М., Высшая школа 1991.
7. Ушакова Н.Н., Николаева Е.Р., Моросанова С.А. Пособие по аналитической химии. Изд. МГУ 1978.
8. Янсон Э.Ю. Теоретические основы аналитической химии. М., Высшая школа 1987.

МУНДАРИЖА

ФОТОМЕТРИК АНАЛИЗ МЕТОДИ	4
1-иш Кислотали муҳтда темир (III) ни сульфосалицил кислота билан комплекс кўринишда фотометрик аниқлаш.....	9
2-иш. Никелни диметилглиоксим билан оксидловчи иштирокида ҳосил бўладиган комплекси кўринишда фотометрик аниқлаш.....	12
АТОМ-ЭМИССИОН АЛАНГАЛИ ФОТОМЕТРИЯ МЕТОДИ.....	13
Алангали фотометрияда ишлатиладиган асбоблар	18
Алангали фотометр билан ишлашда техника хавфсизлигидан кўрсатма.....	20
1-контрол иш. Натрийни даражаланган график усулини қўллаш билан эритмадан алангали фотометрик аниқлаш.....	20
2-контрол иш. Эритмадан кальцийни стандарт қўшимчалар қўшиш усули билан алангали фотометрик аниқлаш	23
АНАЛИЗНИНГ ЛЮМИНЕСЦЕНТ МЕТОДИ.....	25
1-иш. Люминесцент титрлаш методи.....	26
Тахминий тайёрлаган NaOH эритмасини хлорид кислотасининг стандарт эритмаси билан люминесцент индикатор ёрдамида титрлаш.....	26
Контрол иш. Эритма таркибидаги хлорид кислота миқдорини аниқлаш.....	27
ПОЛЯРОГРАФИК АНАЛИЗ МЕТОДИ.....	28
1-иш. Аммиакли буферда чўкмайдиган ионлар иштирок этадиган эритма сифат анализи.....	31
2-иш. 1-ишдаги анализ қилинган эритманинг миқдорий таркибини бир стандарт билан солиштириш орқали аниқлаш.....	34
БИР ИНДИКАТОР ЭЛЕКТРОДИ БИЛАН АМПЕРОМЕТРИК ТИТРЛАШ МЕТОДИ.....	37
1-иш. Мор тузи стандарт эритмаси билан тўғридан-тўғри амперометрик титрлаб кучли оксидловчилар миқдорини аниқлаш.....	37
Тахминий тайёрланган 0,25 н.ли Мор тузи эритмасини калий бихроматнинг стандарт эритмаси билан стандартлаш.....	38
Контрол иш. Кучли оксидловчини (қайси эканлигини кўрсатинг) аниқлаш.....	40
КУЛОНОМЕТРИК ТИТРЛАШ МЕТОДЛАРИ.....	41
Натрий тиосульфатни электролитик ҳосил бўлган иод билан кулонометрик титрлаб аниқлаш	41
Ўқув иш. Тахминан тайёрланган 0,005 н. Натрий тиосульфат эритмасини стандартлаш.....	42
Контрол иш. Эритмадан тиосульфат миқдорини аниқлаш.....	43
ЛАМПАЛИ pH МЕТР - МИЛЛИВОЛЬТМЕТР ЁРДАМИДА ПОТЕНЦИОМЕТРИК КОМПЕНСАЦИОН ТИТРЛАШ МЕТОДИ.....	44
Фосфат кислотасини натрий гидроксид эритмаси билан компенсацион потенциометрик титрлаш.....	44
Ўқув иши. 0,1н. Хлорид кислотанинг стандарт эритмаси ёрдамида натрий гидроксид эритмасини стандартлаш.....	45
Контрол иш. Фосфат кислота миқдорини аниқлаш.....	46
Адабиётлар	47

**Термиз Давлат университети ўқув, илмий-методик
кенгаши нашрга тавсия этади**

Муҳаррир
Техник муҳандис
Мусаҳҳиҳ

Саидмусо Раҳимов
Жума Шайматов
Абдусамад Шайматов

**Теришга берилди 16.12.1999 й. Бичими 60x84^{1/32}
3,0 босма тобоқ. Буюртма № 310. 700 нусха.**

**Термиз шаҳар. "Полиграфист" - х. фирмасида
терилди ва саҳифаланди.**

**Самарқанд вилоят босмахонасида чоп этилди.
Бизнинг манзил: У.Турсунов кўчаси, 82.**

