O’ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O’RTA MAXSUS TA’LIM VAZIRLIGI

GULISTON DAVLAT UNIVERSITETI

TABIIY FANLAR FAKULTETI
KIMYO KAFEDRASI

ANALITIK KIMYONING FIZIK-KIMYOVIY USULLARI
fanidan
o’quv uslubiy majmua

GULISTON- 2021

O’ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O’RTA MAXSUS TA’LIM VAZIRLIGI

GULISTON DAVLAT UNIVERSITETI

ANALITIK KIMYONING FIZIK-KIMYOVIY USULLARI

Guliston – 2021

U.K.Abduraxmanova. Analitik kimyoning fizik-kimyoviy usullari fanidan o'quv-metodik majmua. Guliston. 2021.

O'quv-metodik majmuada moddalar va ular aralashmalarining tarkibini sifat, miqdor jihatdan analiz qilishning fizik kimyoviy usullari bayon qilingan. Shuningdek hozirgi zamon analitik kimyosining nazariy asoslari, analiz usullarining o'ziga xosligi, ularning sinflanishi, va bu usullarning mohiyati, ishlash printsipi, asosiy kattaliklari, qonuniyatlari haqida ma'lumotlar berilgan.

Ma'ruzalar zamonaviy pedagogik texnologiya talablariga mos ravishda tayyorlangan bo'lib, unda darsning maqsadi, identiv o'quv maqsadlari, mavzuda ko'rib chiqiladigan muammolar, nazorat savollari va mustaqil ish topshiriqlari, laboratoriya mashg'ulotlari uchun metodik ishlanma, shuningdek, shu fanga doir test savollari keltirilgan.

O'quv-metodik majmua universitetlarning va boshqa oliy o'quv yurtlarning kimyo ixtisosini beradigan fakultetlari talabalariga mo'ljallangan. Undan analitik kimyo o'qiydigan boshqa ta'lim yo'nalishi talabalari, shuningdek akademik litsey va kollej o'qituvchilari ham foydalanishlari mumkin.

Taqrizchi: k.f.n., dotsent Turobov N.T.

Ushbu uslubiy majmua Guliston davlat universiteti Kimyo kafedrasining 27.08.2021 yig'ilishida muxokama qilinib, GulDU o'quv-metodik kengashidan nashr uchun ruxsat olishga tavsiya etilgan

Guliston davlat universiteti o'quv-metodik Kengashi tomonidan («30.08» 2021 yil №1 sonli bayonnomasi bilan) nashrga tavsiya etilgan

SO’Z BOSHI

Oliy ta’lim muassasalarining 5140500-kimyo ta’lim yo’nalishlarida «Analitik kimyo» fanidan o’quv kursi o’tilishi rejalashtirilgan. Taqdim qilinayotgan o’quv uslubiy majmua ushbu fandan tasdiqlangan namunaviy o’quv dasturiga muvofiq tayyorlandi.

Ushbu o’quv uslubiy majmuada «Analitik kimyoning fizik-kimyoviy usullari» bo’yicha oxirgi yillarda e’lon qilingan qator yangi adabiyotlardagi ma’lumotlar qamrab olingan.

Ma’ruzalar kursi zamonaviy pedagogik texnologiya talablariga mos ravishda qayta ishlanib, unda mavzuga oid muammolar, o’quv maqsadlari, nazorat savollari, amaliy mashg’ulotlar va mustaqil ish topshiriqlari keltirilgan. M’ruzalar kursini tayyorlashda shu sohaga oid dissertatsiya ishlari, jurnallardagi ilmiy maqolalar hamda internet materiallaridan keng foydalanildi. Har bir mavzudan keyin shu masalaga tegishli adabiyotlar ro’yxati berilgan bo’lib, talabalar o’zlarini qiziqtirgan savollar bo’yicha qo’shimcha ma’lumotlarni olishi mumkin.

Manzilimiz: 120100 Guliston shahri, IV mavze.
Universitet, «Kime» kafedrasi.

I. «ANALITIK KIMYoNING FIZIK-KIMYoVIY USULLARI» FANINING MAQSADI VA VAZIFALARI

1.1. Fanning maqsadi va vazifalari:

1.1 Fanning predmeti «Analtik kimyining fizik kimyoviy usullari» maxsus kursi analitik kimyoning fizik-kimyoviy va fizikaviy usullarini o'z ichiga oladi. Maxsus kursini o'qitishning asosiy maqsadi talabalarda optik analiz usullarining sinflanishi, mohiyati, ishlash printsipi, asosiy kattaliklari, qonuniyatlari, shuningdek, halq xo'jaligidagi ahamiyati haqidagi bilimlarni shakllantirishdan iborat.

1.2.Fanning maqsadi va vazifalari Analitik kimyoning fizik kimyoviy analiz usullari maxsus kursining amaliy mashg'ulot va laboratoriya mashg'ulotlarini bajarishdan maqsad talabalarda analizning fizik-kimyoviy va fizikaviy usullarini har qanday ob'ektlar analizida qo'llay olish bilimlarini oshirishdan, shuningdek, eng yangi asbob-uskunalarda ham ishlay olish ko'nikmalarini shakllantirishdan iborat.

Bu kursning amaliy mashg'ulot va laboratoriya mashg'ulotlarini bajarishdan maqsad talabalarda analizning fizik-kimyoviy va fizikaviy usullarini har qanday turdagi namunalar analizida qo'llay olishga doir bilimlarini oshirishdan, shuningdek, eng zamonaviy asbob-uskunalarda ham ishlay olish ko'nikmalarini shakllantirishdan iborat.

II. O'QUV KURSINING MAZMUNI:

2.1. Ma'ruza mavzulari, mazmuni va vaqt

TG'r	**Mavzu nomi**	**Ajratilgan**
1.	Analitik kimyoning fizik kimyoviy usullari fanining maqsadi va vazifalari	2.
2	Spektroskopik analiz usullari. Elektromagnit nurlanishi va uning asosiy kattaliklari	2.
3	Atom spektroskopiya. Yorug'likni monoxromatlash. Atom emission spektroskopiyasi usuli Spektrlarni qo'zg'otish manbalari. Emission usullarda analizga halaqit beruvchi omillar. Atom-emission sifat va miqdoriy analizlari. Atom absorbtsion analiz.	2
4	Atom-fluorestsent spektroskopiya. Rentgen spektroskopiyasi usullari. Rentgenospektral sifat va miqdoriy analiz.	2
5	Nur yutilishining asosiy qonunlari. Buger-Lambert-Ber qonuni. Yutilish qonunidan chetlanishlar.	2
6	Fotometrik analiz usuli. Fotometrik o'lchashlarning optimal sharoitini tanlash.	2

7	Nefelometriya va turbidimetriya. Lyuminestsent analiz. Xemilyuminestsentsiya.	2
8	Radiometrik analiz usullari. Radioaktivatsion analiz usuli. Neytron aktivatsion analiz.	2
9	Moddalar kontsentratsiyalarini aniqlash metodlari	2
	Jami:	**18**

2.2 Analitik kimyonig fizik kimyoviy usullari maxsus kursidan amaliy mashg'ulotlar

tG'r	Mavzu nomi	Ajratil gan vaqt
1.	Analiz natijalarini matematik statistika usulida qayta hisoblash.	2
2.	Atom spektroskopiya usullarining mohiyati va ularning turlari.	4
3.	Molekulyar spektroskopiya Molekulyar spektroskopiya usullarining sinflanishi	2
4	Analizning fizik usullari. Mass-spektrometrik analiz usuli. Yadro magnit rezonansi usuli.	2
	JAMI	10

2.3 Analitik kimyoning fizik kimyoviy usullari maxsus kursidan laboratoriya mashg'ulotlari

tG'r	Mavzu nomi	Ajratil gan vaqt
1	Cu^{2+} ionini ammiakli kompleks birikmasi holida ekstraksion-fotometrik usulda aniqlash	4
2	Ni^{2+} ionini dimetilglioksim oksidlovchi ishtirokida hosil bo'ladigan kompleksi holida fotometrik aniqlash	2
3	Fe^{3+} ionini rodanid holiday darajalangan grafik usulda fotometrik aniqlash	2
4	Kislotali muhitda Fe^{3+} ionini sul'fasalitsil kislota bilan hosil qilgan kompleksi holiday fotometrik aniqlash	2
	JAMI	10

2.4. Analitik kimyoning fizik kimyoviy usullari maxsus kursidan mustaqil ish mavzulari

tG'r	Mavzu nomi	Ajratil gan vaqt

1.	Atom spektroskopiya usullarining qo'llanilish sohalari	8
2.	Molekulyar spektroskopiya usullarining qo'llanilish sohalari	8
3.	Spektroskopiya usullarida moddalarning sifat va miqdoriy analizi.	8
4.	Moddalarning mass-spektrlarini taxlil qilish	8
5.	Moddalarning IQ, spektrlarini taxlil qilish	8
6.	Moddalarning YaMR spektrlarini taxlil qilish	8
7.	Moddalarning UB spektrlarini taxlil qilish	4
8.	Nurni kombinatsion tarqatish spektroskopiya usuli	5
	JAMI	57

III. «Analitik kimyoning fizik kimyoiy usullari» kursidan reyting ishlanmasi va baholash mezonlari

3.1. Reyting ishlanmasi

tG'r	Nazorat turlari	Soni	Ball	Jami ball
I.	JB 1.1. Laboratoriya ishini topshirish 1.2. Amaliy mashg'ulotni bajarish 1.3. TMI topshiriqlarni bajarish	 4 4 8	 5 2.5 2,5	 20 10 20
II.	OB 2.1. Yozma ish	2	10	20
III.	YaB 3.1. Yakuniy baholash 3.1.1. Yozma ish (3 ta savol)	1	10	30
Jami				100

3.2. «Analitik kimyoning fizik kimyoviy usullari» kursidan baholash mezoni

1.1. JB bo'yicha laboratoriya mashg'ulotida qatnashib, uni to'la sifatli mustaqil bajargan va amalda qo'llay oladigan talabaga 3,5-5 ball beriladi, to'la bajarmagan talabaga bajarilgan ish hajmiga va sifatiga qarab 1,5-3,4 ballgacha beriladi.

1.2. Amaliy mashg'ulotda qatnashib, uning topshiriqlarini to'la sifatli bajargan talabaga 2,5 ball agar to'la bo'lmasa bajarish darajasiga qarab 1,5-2 ballgacha beriladi.

1.3. Talabaning mustaqil ishlari soni 4 ta bo'lib, rejasi aniq bo'lgan har bir mavzu bo'yicha referat yozma yoki elektron variantda tayyorlanadi:

- referatda mavzu to'liq ochilgan, to'g'ri xulosa chiqarilgan va amaliy takliflari bo'lsa – 4,5 -5,0 ball
- mavzu mohiyati ochilgan, faqat xulosasi bor 3,5– 4,4 ball
- mavzu mohiyati yoritilgan, ammo ayrim kamchiligi bo'lsa – 2,5-3,4 ball beriladi.

2.1. Oraliq baholash yozma o'tkazilib, undan 5 ta savolga javob berishi so'raladi. Har bir savol 2 ballgacha baholanadi.

- agar savol mohiyati to'la ochilgan bo'lsa, javoblari to'liq va aniq bo'lsa--5 ball
- savolning mohiyati umumiy ochilgan asosiy faktlar to'g'ri bayon etilgan bo'lsa-1,4-1,7 ball
- savolga javob berilgan, ammo kamchiliklari bo'lsa 1,0-1,3 ball
- savolga javob berishga harakat qilingan, ammo faktlarda chalkashliklar bo'lsa - 0,6 - 0,9 ball beriladi.

3.1. Yakuniy baholashda talaba 3 ta savolga yozma javob berishi lozim.

- har bir yozma savolga 10 ball ajratiladi.
- agar savol mohiyati to'la ochilgan bo'lib, talabaning tanqidiy nuqtai nazari bayon qilingan bo'lsa – 9,5-10 ball
- savolning mohiyati ochilgan, asosiy faktlar to'g'ri bayon qilgan bo'lsa –8,6-9,4 ball
- savolga javob berilgan, ammo, ayrim kamchiliklari bor bo'lsa – 7,5-8,5 ball
- berilgan savolda javoblar chalkash va kamchiliklar ko'proq bo'lsa - 6,5-7,4 ball beriladi

Eslatma: Talabaning umumiy bali hisoblanganda yaxlitlab olinadi.

O'zlashtirish ko'rsatkichi:

86-100 ball – «a'lo», 71-85 ball – «yaxshi», 55-70 ball- «qoniqarli» hisoblanadi. Saralash bali 39.

KIRISh

ANALITIK KIMYoNING FIZIK-KIMYoVIY USULLARI

Mavzuga oid tayanch tushuncha va iboralar: identifikatsiyalash, optik analiz, nur yutilishi, sifat va miqdoriy aniqlash, filtrlash, cho'ktirish, element analizi.

Mavzuga oid muammolar

1. Analitik kimyoning fizik-kimyoviy usullari fanining maqsadi va vazifalari nimalardan iborat.
2. Analitik kimyoning qisqacha tarixiy taraqqiyot davrlari
3. Sifat analizi usullarining sinflanishi.

Darsning maqsadi: Talabalarni fizik-kimyoviy analiz ussulalari fanining kirish qismi, maqsad va vazifalari, aniqlash (miqdor analizi) metodlari, miqdor analiz metodlarining sinflanishi, asosiy tushunchalar analitik reaktsiyalarning bajarilish usullari bilan tanishtirishdan iborat.

Indentiv o'quv maqsadlari:

1. Analitik kimyoning fizik-kimyoviy usullari fanining vazifalari haqida ma'lumotga ega bo'lishadi
2. Analitik reaktsiyalarning bajarish usullarini o'rganadi.
3. Fizik-kimyoviy analizning xalq xo'jaligidagi ahamiyatini tushunadi.

Kimyoviy modda toza bo'lsa, o'ziga xos xususiyatlarni namoyon qiladi. Uning tarkibiga juda oz miqdorda bo'lsa ham (~10^{-5}%) begona moddalarning yoki elementning aralashgan holda "ifloslangan" bo'lishi modda xususiyatini keskin o'zgartirib yuborishi mumkin. Shuning uchun hozirgi vaqtda elementlarning tarkibiga aralashib qolgan mikro miqdordagi begona moddalrni aniqlashga to'g'ri keladi. Kimyoviy metodlar bunchalik kichik miqdorda bo'lgan elementlarni yoki moddalarni aniqlash imkoniyatiga ega emas.

Bu vazifani faqatgina fizik-kimyoviy metodlar yordamida bajarish mumkin.

Fizik-kimyoviy metodlar tez bajariladi, bu esa o'z vaqtida texnologik jarayonni nazorat qilish uchun katta ahamiyatga ega.

Fizik-kimyoviy metodlar bir necha afzalliklarga ega:

1. Analizni uzoq masofadan turib boshqarish. Masalan, rentgen-fluorestsent metod bilan oydagi tuproqni analiz qilish bunga yaqqol misol bo'la oladi.
2. Bu metodlarda ishlatiladigan asboblar jarayonni sistemalashtirishga imkon beradi.
3. Namunani buzmasdan turib analiz qilish bu kriminalistika va meditsinada katta ahamiyatga ega.

Fizik-kimyoviy metodlarning kamchiligi shundaki, ularni bajarish uchun standart eritmalar, etalonlar va darajalangan grafiklar tayyorlash kerak bo'ladi.

Fizik-kimyoviy analiz metodlarining turlari juda ko'p lekin eng asosiylari:

1. Optik analiz metodlari;
2. Elektrokimyoviy analiz metodlari;
3. Xromatografik analiz metodlari;

Optik analiz metodlari

Nurning yutilishi yoki chiqarilishiga asoslangan analiz metodlari optik analiz metodlari deyiladi.

Analizning optik metodlari, fizik-kimyoviy metodlarning bir qismi bo'lib, nur energiyasining analiz qilinadigan modda bilan o'zaro ta'sirini o'rganishga asoslangan. Analizning optik metodlari asosan quyidagi larga bo'linadi:

1. Nurning yutilishiga asoslangan metodlar
2. Nurning chiqazilishiga asoslangan metodlar.

Ma'lumki mikrozarrachalarning ichki energiyasi asosan ularning (atom, molekula) yaxlit butun holdagi aylanma energiyasi, yadrolarning tebranma energiyasi va elektronlarning atom yadrolari va boshqa elektronlar ta'sirida yaratilgan elektrostatik maydondagi harakat energiyasi yig'indisidan iborat.

Bitta mikrozarrachaga 1-asosiy va bir necha qo'zg'algan elektron -energetik sathlar to'g'ri keladi.

Bitta elektron energetik sathga bir asosiy va birnecha qo'zg'algan tebranma energetik sathlar to'g'ri keladi. Bitta tebranma energetik sathga bitta asosiy va bir necha qo'zg'algan aylanma energetik sathlar to'g'ri keladi.

Mikrozarrachalar (atom, molekula) tashqaridan biror energetik ta'sir bo'lmasa, ular eng pastki asosiy energetik holatga joylashadi.

Molekulalar ma'lum bir nurlarni yutadigan bo'lsa ularning energiyasi ortadi va pastki energetik sath [E_0] dan yuqori energetik sathlar (E_1) ga o'tadi.

Mikrozarrachalarning ichki energiyasining qiymati uzluksiz o'zgarmasdan, ular ma'lum bir diskret kvantlangan energetik holatlarnigina qabul qila oladi. Nur energiyasining yutilishi uchun shu nur kvantining energiyasi kvantlangan holatlar energiyasining farqiga teng bo'lishi kerak

ΔE q E_1-E_0< hvq

Elektronning energetik o'tishi yuz berganda (10^{-8}-10^{-13} sek) energetik jihatdan bu holat eng katta bo'lgani uchun , birgalikda tebranma va aylanma o'tishlar ham sodir bo'ladi.

Asosan shu sababdan, molekulalar yutilish spektirida chiziqlar emas yo'laklarni (polasa) kuzatish mumkin. Nurning yutilish intensivligi, pastki energetik holatda joylashgan molekulalar soniga, o'tish ehtimolligiga va molekulaning o'lchamiga (katta-kichikligi)ga bog'liq. Har qanday elektromagnit nur quyidagi qiymatlar bilan xarakterlanadi.

$E=h\nu$ - foton energiyasi, e.v

λ - to'lqin uzunligi, nm, A^0

$\nu=s/\lambda$-chastota, bir sekundda sodir bo'ladigan tebranishlar soni sek^{-1}

$\nu=1/\lambda$-to'lqin soni, 1 sm masofaga to'g'ri keladigan tebranishlar soni sm^{-1}.

To'lqin uzunligi qarab, elektromagnit nurlar spektral sohalarga bo'linadi.

Mikrozarrachalar (atom, molekula) tashqaridan biror energetik ta'sir bo'lmasa, ular eng pastki asosiy energetik holatga joylashadi.

Molekulalar ma'lum bir nurlarni yutadigan bo'lsa ularning energiyasi ortadi va pastki energetik sath [E_0] dan yuqori energetik sathlar (E_1) ga o'tadi.

Mikrozarrachalarning ichki energiyasining qiymati uzluksiz o'zgarmasdan, ular ma'lum bir diskret kvantlangan energetik holatlarnigina qabul qila oladi. Nur

energiyasining yutilishi uchun shu nur kvantining energiyasi kvantlangan holatlar energiyasining farqiga teng bo'lishi kerak

ΔE q E_1-E_0< hvq

Elektronning energetik o'tishi yuz berganda (10^{-8}-10^{-13} sek) energetik jihatdan bu holat eng katta bo'lgani uchun , birgalikda tebranma va aylanma o'tishlar ham sodir bo'ladi

Asosan shu sababdan, molekulalar yutilish spektirida chiziqlar emas yo'laklarni (polasa) kuzatish mumkin. Nurning yutilish intensivligi, pastki energetik holatda joylashgan molekulalar soniga, o'tish ehtimolligiga va molekulaning o'lchamiga (katta-kichikligi)ga bog'liq. Har qanday elektromagnit nur quyidagi qiymatlar bilan xarakterlanadi.

E=hν - foton energiyasi, e.v

λ - to'lqin uzunligi, nm, A^0

ν=s/λ-chastota, bir sekundda sodir bo'ladigan tebranishlar soni sek^{-1}

ν=1/λ-to'lqin soni, 1 sm masofaga to'g'ri keladigan tebranishlar soni sm^{-1}.

To'lqin uzunligi qarab, elektromagnit nurlar spektral sohalarga bo'linadi.

Asosiy adabiyotlar:

1. Zolotov Yu. A., Doroxova E. N., Fadeeva V. I. i dr. V 2 kn. Kn. 2 Osnovo' analiticheskoy ximii. M.: "Vo'sshaya shkola" 1999, S. 198-208.
2. Vasilev V. P. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Vo'sshaya shkola" 1989, S.52-62
3. Pilipenko A. T., Pyatnitskiy I. V. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Ximiya" 1990, S. 296-315.
4. Bonchev P. R. Vvedenie v analiticheskuyu ximiyu. Per. s bolg. pod red. B. I. Lobova. L.: "Ximiya" 1978, S. 379-384.
5. Fritts Dj. Shenk G. Kolichestvenno'y analiz. Per. s angl. rod red. Yu. A. Zolotova. M.: "Mir". 1978 g, S. 64-68.

Qo'shimcha adabiyotlar

1. Turobov N. T., Ibraimov Ch. I., Boboev N. B., Umbarov. I. O. Fizik-kimyoviy analiz metodlari. O'quv qo'llanma. Termiz 1999 y. 3-5 betlar.
2. Kreshkov A. P. Osnovo' analiticheskoy ximii. V 3-x tomax. T.3 M.: "Ximiya". 1977 g, S. 254-256.

SPEKTROSKOPIK ANALIZ USULLARI

REJA

1. Spektroskopik analiz usullarining sezgirligi
2. Elektromagnit nurlarining spektral sohalari .
3. Elektromagnit to'lqinlar spektri

Darsning maqsadi: Talabalarni spektroskopik analiz usullarining sezgirligi, elektromagnit nurlarining spektral sohalari, shuningdek, elektromagnit to'lqinlar spektri to'g'rsidagi asosiy tushunchalar bilan tanishtirishdan iborat.

Optik analiz usullari kimyoviy tadqiqotlarda keng tarqalgan va amaliy jihatdan katta ahamiyatga ega .

Hozirgi zamon optik analiz usullarida aniqlanayotgan moddani fizik yoki fizik–kimyoviy xossalari (matematik yoki grafik bog'liqligi) o'rganiladi.

Eng asosiysi kimyoviy analizda bu to'g'ri usulni tanlash, analitikning malakasiga bog'liq.

Har bir usulni ishlatish uchun usulning afzalligini, kamchiligini va metrologik xususiyatlarini bilish kerak (Jadval 1).

Elektromagnit nurlarning yutilishi molekulalarning umumiy xossasi hisoblanadi, ammo yutilish hodisasi tanlash xususiyatiga egadir, ya'ni ma'lum to'lqin uzunligidagi nurlar molekula tomonidan kuchli yutilishi mumkin, boshqa to'lqin uzunligidagi nurlar esa kuchsiz yoki butunlay yutilmasligi mumkin. Yutilish doirasi spektr chizig'i deyiladi. Spektr chiziqlarining umumiy yig'indisi yutilish spektri deyiladi .

Spektrofotometriyada ultrabinafsha (UB), ko'rinadigan va infraqizil (IQ) elektromagnit spektrlarning soxalari ishlatiladi.

1-jadval

Optik analiz metodlarining sezgirligi

№	Metodlar	Sezgirligi
1	Fotometriya	10^{-4}-10^{-6}
2	Fluorimetriya	10^{-5}-10^{-8}
3	Kinetik	10^{-6}-10^{-8}
4	Emission-spektral	10^{-7}
5	Atom –absorbtsion	10^{-5}
6	Rentgeno-fluorestsent	10^{-5}-10^{-6}
7	Aktivatsion	10^{-13}gacha
8	Mass-spektral	10^{-14} gacha

Elektromagnit nurlarning asosiy tavsifi bu to'lqin uzunligi λ yoki tebranmasi ν (ko'pincha tebranmani o'rniga to'lqin soni ν ishlatiladi).

Elektromagnit spektr bu – elektromagnit nurlanishning har xil to'lqin uzunligidir.

2-jadval

Elektromagnit nurlarining spektral sohalari .

	UB	Ko'rinadigan nur	IQ
N,sm^{-1}	50000-25000	25000-15000	<15000

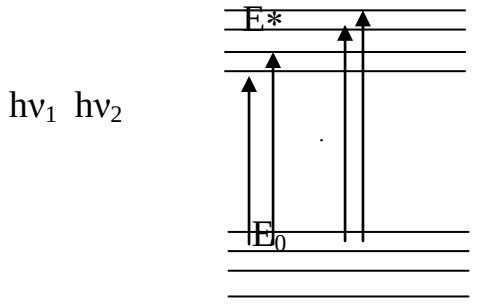
λ, nm(10^{-9}m)	200-400	400-700	>700

Atom yoki molekulalarning ichki energiyasi asosan ularning yaxlit butun holdagi aylanma energiyasi, yadrolarning tebranma energiyasi va elektronlarning atom yadrolari va boshqa elektronlar ta’sirida yaratilgan elektrostatik maydondagi harakat energiyasi yig’indisidan iborat . Shuning uchun ma’lum bir energetik satxda molekulaning umumiy energiyasi:

EqE_{el} Q E_{tebr} Q E_{ayl} dan iborat bo’ladi

Molekulaning energetik sathlarini 1-rasmdagidek ifodalash mumkin.

Molekulaning eng pastki E_0 elektron holati –asosiy holat, E∗-esa qo’zg’algan holat deyiladi.



Rasm 1. Molekulaning energetik sathlari

Bitta elektron energetik sathga asosiy va bir necha qo’zg’algan tebranma energetik sathlar to’g’ri keladi. Bitta tebranma energetik sathga bitta asosiy va bir necha qo’zg’algan aylanma energetik sathlar to’g’ri keladi. Atom yoki molekulaga tashqaridan biror energetik ta’sir bo’lmasa ,ular eng pastki asosiy energetik holatga joylashadi

IQ nurni yutilishi molekulani tebranma va aylanma energiyasini o’zgarishiga olib keladi.

UB va ko’rinadigan spektrlarning yutilishi elektronlar energiyasining o’zgarishiga ham olib keladi, natijada valent elektronlari asosiy holatdan qo’zg’algan holatga, ya’ni yuqori energetik pog’onaga o’tadi.

Molekulalar ma’lum bir nurlarni yutgandan keyin ularning energiyasi ortadi va pastki energetik pog’onadan (E_0) yuqori energetik pog’onaga (E∗) o’tadi .

Molekulalarning ichki energiyasining qiymati uzluksiz o’zgarmasdan, ular ma’lum bir diskret kvantlangan energetik holatlarnigina qabul qila oladi. Nur energiyasining yutilishi uchun shu nur kvantining energiyasi kvantlangan holatlar energiyasining farqiga teng bo’lishi kerak:

$$\Delta EqE^*-E_0qh\nu qh^*sG'\lambda$$

$E^*>E_0$_-yutilish

$E^*<E_0$ -nurlanish

ΔEqhν-foton energiyasi,e,v
λ-to'lqin uzunligi, nm
Bunda νqsG'λ-chastota, bir sekundda sodir bo'ladigan tebranishlar soni , sek^{-1}
Nq1G'λ-to'lqin soni ,1sm masofaga to'g'ri keladigan uzunliklar soni, sm^{-1}
h-Plank doimiysi ($6,5*10^{-27}$ erg. sek.)
s-yorug'likning bo'shliqdagi tezligi ($3*10^{10}$smG'sek)

Tenglamada ifodalanganidek, kvant energiyasi tebranish chastotasiga to'g'ri proportsional, to'lqin uzunligiga esa teskari proportsional.

To'lqin soni G'λ^{-1}G' yoki G'νG' asosan sm^{-1} o'lcham birligiga ega bo'lib, chastotasi va energiya qiymatiga to'g'ri proportsionaldir ,shuning uchun ham mutlaq chastotaga nisbatan ham ko'p ishlatiladi (3-jadval). Masalan 300 mmk ($3000A^0$) mos keladigan to'lqinlar soni λq33333 sm^{-1} ,to'lqin chastotasi esa $1*10^{15}sek^{-1}$dir. Inson ko'zi elektromagnit to'lqinlarning 400-750mmk qabul qiladi.

Hosil qilish usullariga qarab spektrlar uch xilga bo'linadi: yutilish, tarqatish, sochilish. Ularning spektr chiziqlarining jadalligi molekulalar soniga va kvant mexanikasi qoidalari asosida bo'ladigan o'tishlar ehtimolligiga bog'liq bo'ladi. Spektr chiziqlarining kengligi va shakli molekula ko'rsatkichlarining yig'indisiga va modda xususiyatlariga bog'liq bo'ladi .

3-jadval

To'lqin uzunligi va chastotani o'lchashda ishlatiladigan birliklar.

Tavsif	O'lcham birligi	qisqartirilgan belgisi	Ta'rifi
To'lqin uzunligi λ	mikron millimikron Angstrem	mk mmk A^0	$1mkq10^{-4}smq10^{-6}m$ $1mmkq1nmq10^{-7}sm$ $q10^{-9}m$ $1A^0q10^{-8}smq10^{-10}m$
Chastota,ν	_	sek^{-1}	1 sekunddagi tebranishlar soni
To'lqin soni ,	_	sm^{-1}	1 sm dagi to'lqinlar soni

Elektromagnit to'lqinlar spektri

To'lqin tezligi (S), uzunligi (λ) va chastotasi (ν) orasidagi o'zaro bog'lanish quyidagi formula bilan ifodalanadi.

$$\lambda = \frac{C}{v} \quad \text{yoki} \quad Sq\lambda\nu \qquad (1)$$

Yorug'lik va elektromagnit to'lqinlar uchun S o'zgarmas kattalik (Sq300000 km/sek.). (1) tenglamaning chap tomoni o'zgarmasligi hisobga olinsa, λ bilan ν o'rtasidagi bog'lanish kelib chiqadi. Bu tenglamaga muvofiq to'lqin uzunligi va chastotasi teskari mutanosiblikda bo'lib, λ oshsa ν kamayadi.

Elektromagnit spektrning fizikaviy usullari qo'llanadigan sohalarni quyidagicha izohlash mumkin:

To'lqin uzunligi	10^{-3} nm	10 nm	400 nm	800 nm 300 mk	300 mm	200 mm
Spektral soha	rentgen nurlar	ultra binafsha nur	ko'zga ko'rinadigan nurlar	infraqizil nurlar	mikro-to'lqinli nur.	qisqa radio to'lqinlar
Kuzatilayotgan yutilish spektri		Elektron spektr		IK-spektr		YaMR-spektr EPR-spektr

Elektromagnit spektr sohalari

Radioto'lqinlarning o'zi uchta guruxga ajraladi. YaMR da ishlatiladigan, to'lqin uzunligi 5 m bo'lgan radioto'lqinlar chastotasi quyidagicha bo'ladi:

$$\nu = \frac{C}{\lambda} = \frac{300000 км/сек}{5м} = \frac{300000000}{5м} = 60000000\, сек^{-1}$$

yoki 60000000 gerts, ya'ni 60 megagerts.

Elektromagnit spektrdagi har qanday nur muayyan energiyaga ega bo'ladi, ya'ni har qanday nur o'zida ma'lum miqdorda energiya tashiydi. Bu energiya nur chastotasiga bog'liq bo'lib, uning miqdori Plank formulasi asosida hisoblanadi:

$$Eqh\nu \qquad (2)$$

h - Plank doimiysi bo'lib, $6{,}625 \times 10^{-34}$ dj.gts^{-1} ga teng.

ν - chastota.

Modda tomonidan elektromagnit to'lqinlarning tanlab yutilishini o'lchashga asoslangan fizikaviy usullar - **spektroskopik usullar** deb nomlanadi.

Nurlanish jarayonidagi bir xil chastotali to'lqinlar - **monoxromatik nurlar** bo'ladi, ya'ni bunday nurning energiyasi bir xildagi hν ga teng bo'ladi. Monoxromatik nurlanishning yutilishi quyidagi tenglama bo'yicha bo'ladi:

$$\ln - \frac{J_0}{J} = k.n \qquad (3)$$

J_o va J - tushayotgan va eritmadan o'tgan nurning intensivliklari

n - yorug'lik yo'lidagi moddaning mollar miqdori.

k - yutilish intensivligining nisbiy miqdori.

Agar monoxromatik nur A moddadan o'tsa, uning intensivligi kuchsizlanishini I_0/I orqali o'lchash mumkin, n-ning miqdori aniq bo'lganda, K ning miqdorini topish mumkin. Boshqa modda olinganda nurning kuchsizlanishi ham boshqacha bo'lib, K ning miqdori ham o'zgaradi. Agar yutilish jarayoni kuzatilmasa Kq0 bo'ladi.

Modda eritmasining yutilish intensivligini o'lchash uchun eritma tiniq bo'lishi kerak. Eritmadagi n-ning miqdori eritmaning kontsentratsiyasiga va eritma joylashgan idishcha qatlamining qalinligiga to'g'ri proportsional hisoblanadi.

Amaliyotda ko’p hollarda K ning o’rniga ε, natural logarifm o’rniga o’nli logarifm ishlatiladi.

$$\lg \frac{J_0}{J} = \varepsilon . c . l. \qquad (4)$$

$\lg \frac{J_0}{J}$ - Eritmaning yoki yutilishning optik zichligi (D)

Dqε c 1 $\qquad \varepsilon = \frac{D}{c.1.} \qquad (5)$

ε - Ekstinktsiyaning molli koeffitsienti.

Agar Sq1 mol/l, lq1 sm bo’lsa, ε eritmaning optik zichligiga teng bo’ladi.

$$\varepsilon = \lg \frac{J_0}{J} = D; \qquad \varepsilon \text{ q } D$$

Eritmaga tushayotgan va undan o’tayotgan nur intensivliklari bilan eritma kontsentratsiyasi va uning qatlami qalinligi orasidagi qonuniyatni ifodalaydigan tenglama (4) Lambert-Ber qonuni deb yuritiladi.

Muhokama uchun savollar:

1.Spektroskopik analiz usullarining sezgirligini izohlang.
2. Elektromagnik nurlanish spektrlari haqida tushunchangizni ayting.
3. Elektromagnik nurlanish spektrlari sohalarini tushuntirib bering.

ATOM SPEKTROSKOPIK ANALIZ METODLARI.
Atom-absorbtsion analiz metodi

Mavzuga oid tayanch tushuncha va iboralar: Fototok kuchi. Katod lampa. Atom spektrlari. Molekulyar spektrlar.Spektr chiziqlar. Absortsion analiz.

REJA

1. Atom-spektroskopik analiz metodlarining mohiyati va sinflanishi.
2. Atom va molekulyar spektrlar, ularning farqi.
3. Molekulyar spektrlarning yo’laklar (polosalar) dan iborat bo’lishi.
4. Birikmani atomar holatga o’tkazish uchun foydalaniladigan energiya turlari.
5. Atom-absorbtsion spektrometriya.

Darsning maqsadi: Talabalarga atom-spektroskopik analiz metodlarining mohiyati va sinflanishi atom va molekulyar spektrlarning farqini, shuningdek, atom-absorbtsion analiz metodining afzalliklari va kamchiliklarini tushuntirishdan iborat.

Indentiv o’quv maqsadlari:

1. Atom-absorbtsion spektrometriyani tushunadi.
2. Atom va molekulyar spektrlarini farqlay oladi.

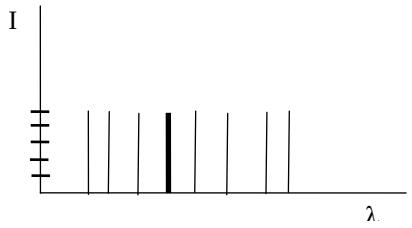
3. Katod lampalari. Atom-absorbtsion analiz metodining afzalliklari va kamchiliklarini asososlay oladi.

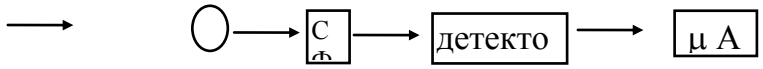
.

Atom spektroskopik metodalar optik analiz metodlariga kiradi. Nomlanishidan ma’lumki atom-spektroskopik metodlar atom spektrlarini o’rganishga asoslangan. Bu metodlarda aniqlanishi kerak bo’lgan atomlarning ultrabinafsha va ko’rinuvchan nurlarini yutishi yoki aksincha chiqarishi o’rganiladi. Atom-spektroskopik metodlar asosan 2 ga bo’linadi:

1)Atob-absorbtsion spektrometriya.
2)Alangali fotometriya.

Atom spektrlarining hosil qilinishi molekulyar spektrlardan tubdan farq qiladi. Atom spektrlarini olish uchun ma’lum miqdordagi energiya sarflab kimyoviy birikma atomar holatga o’tkaziladi. Fizika kursidan ma’lumki, atomlarning yutilish va chiqarish spektrlari faqat o’rganilayotgan atomlar uchun xarakterli bo’lgan diskret chiziqlar to’plamidan iborat. Molekulyar spektrlar esa bir tekis polosalardan iborat.



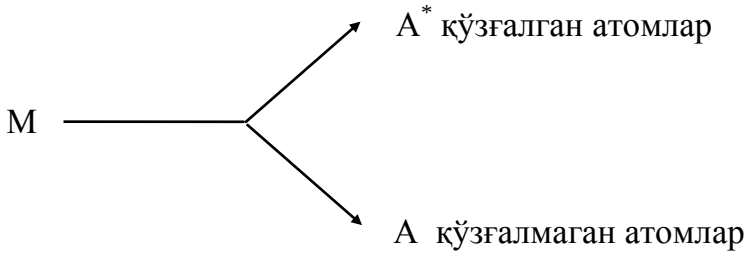


Birinchidan molekulalar murakab tuzilishga ega, ikkinchidan molekula erituvchi bilan o’zaro ta’sirda bo’ladi va shuning uchun bu erda energetik o’tishlar atomlardagiga qaraganda sezilarli darajada yuqoridir. Shu sababli alohida chiziqlar amaliy jihatdan bir-biri bilan qo’shilib spektral polosalar hosil qiladi.

Aniqlanayotgan birikmani atomar holatga o’tkazish uchun quyidagi energiyalardan foydalaniladi:

1. Alanga energiyasi.
2. Elektr yoyi energiyasi.
3. Plazma energiyasi

Bu uchala energiyalardan ko’pincha alanga energiyasi ishlatiladi.



1. Har bir qo’zg’algan atom o’zi uchun xarakterli ma’lum bir chastotaga ega bo’lgan nurni chiqarib o’zining asosiy holatiga qaytadi.

$$A^* \rightarrow A + h\cdot\nu$$

Atomlarning chiqarish nurlarini spektrlarga ajratishdagi hosil bo’lgan spektr chiziqlarini ko’rib chiqadigan bo’lsak, u holda quyidagi natijani kuzatishimiz mumkin: Bir atom spektrlari o’zlarining joylashishi bilan boshqa atomlarning spektral chiziqlarining joylashishidan keskin farq qiladi. Mana shu farq moddalarning sifat analizini o’tkazishga imkon yaratadi. Ushbu atomga tegishli bo’lgan spektral chiziq boshqa chiziqlardan o’zining intensivligi bilan farq qiladi. Shu atomga tegishli bo’lgan spektral chiziqning intensivligidan foydalanib moddaning miqdor analizini o’tkazish mumkin.

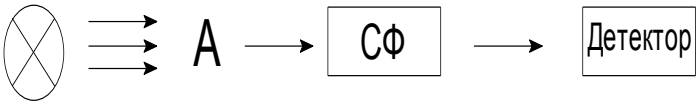
Ya’ni:

$$A^* \qquad A \xrightarrow{h\nu}$$

Bu metod alangali fotometriya yoki alangali spektrofotometriya deyiladi.

2.Alangadagi qo’zg’almagan atomlarning yutilish spektrlarida spektral chiziqlarning joylashish tartibini o’rganib moddalarning sifat analizini bajarish va shu atomlarga xarakterli bo’lgan chiziqlarning intensivligidan aniqlanayotgan moddaning miqdoriy tarkibini aniqlash mumkin. Bu metod bilan anqlashni atom-absorbtsion aniqlash metodi deyiladi.

Alangada atomlarning asosiy qismi qo’zg’almagan holatda bo’ladi. Atom-absorbtsion spektrometriya qo’zg’almagan atomlarga ultrabinafsha (UF) va ko’zga ko’rinuvchan nurlarni yutishini o’rganishga asoslangan.



Nur manbai sifatida katod lampasi ishlatiladi. Katod lampa albatta aniqlanishi kerak bo’lgan elementdan tuziladi.

Alangaga purkalgan aniqlanadigan atomlar nur manbai chiqarayotgan nurni yutadi. Nur manbai chiqarayotgan nurning to’lqin uzunligi qo’zg’almagan atomlar yutadigan nurning to’lqin uzunligidan juda kam farq qiladi. Shuning uchun tekshirilayotgan elementni

aniqlayotganimizda begona aralashmalar halaqit bermaydi (aniqrog’i juda kam farq qiladi).

Atom-absorbtsion va alanga fotometriya anlizi uchun umumiy bo’lgan narsa shuki, ikkala metodda ham modda alangaga purkaladi va atomar holatga o’tkaziladi. Bu metodlarning farqi shundan iboratki, alangali fotometriyada qo’zg’algan atomlardan foydalaniladi, atom-absorbtsion metodda esa qo’zg’almagan atomlardan foydalaniladi.

Atom-absorbtsion spektrometriya alangali fotometriyaga nisbatan quyidagi afzalliklarga ega:

1) metodning selektivligi yuqori.

2) metodning sezgirligi va qayta takrorlanuvchanligi yuqori.

Atom-absorbtsion spektrometriyaning kamchiliklari quyidagilardan iborat:

1) har bir element uchun alohida nur manbai kerakligi.

2) asbobning qimmatligi.

Shunga qaramasdan bu metodlardan amaliyotda juda keng ko'lamda foydalaniladi. Bu metodlar yordamida 70 ga yaqin elementlar aniqlanadi. Ko'pgina eleentlarning aniqlanish sezgirligi taxminan ~ 1 mkg/ml atrofida va undan ham kichik bo'ladi.

Aniqlashda yo'l qo'yiladigan xato ± 2%

Savollar

1. Atom-spektroskopik analiz metodi qanday spektrlarni aniqlashga asoslangan?
2. Atom spektrlar molekulyar spektrlardan nimasi bilan farq qiladi?
3. Nima uchun molekulyar spektrlar polosalardan iblrat?
4. Aniqlanayotgan birikmani atomar holatga o'tkazish uchun qanday energiyadan foydalaniladi?
5. Atom-absorbtsion analiz metodi qanday atomlarning nur yutilishini o'rganishga asoslangan? Bu metodda nur manbai sifatida nimalardan foydalaniladi?
6. Atom-absorbtsion analizning afzalliklari nimalardan iborat? Bu metodning alangali fotometriya metodi bilan qanday o'xshashlik va farqli tomonlari bor?
7. Atom-absorbtsion analiz metodi qanday kamchiliklarga ega?

Asosiy adabiyotlar:

1. Zolotov Yu. A., Doroxova E. N., Fadeeva V. I. i dr. V 2 kn. Kn. 2 Osnovo' analiticheskoy ximii. M.: "Vo'sshaya shkola" 1999, S. 241-248.
2. Vasilev V. P. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Vo'sshaya shkola" 1989, S. 97-104.
3. Pilipenko A. T., Pyatnitskiy I. V. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Ximiya" 1990, S. 645-648, 697-704.
4. Bonchev P. R. Vvedenie v analiticheskuyu ximiyu. Per. s bolg. pod red. B. I. Lobova. L.: "Ximiya" 1978, S. 351-352, 374-376.
5. Skug D. Uest D. Osnovo' analiticheskoy ximii. V 2-x tomax. T.2. Per. s angl. pod red. Yu. A. Zolotova. M.: "Mir". 1978 g, S. 172-184.
6. Fritts Dj. Shenk G. Kolichestvenno'y analiz. Per. s angl. rod red. Yu. A. Zolotova. M.: "Mir". 1978 g, S. 382-389.

NUR YuTILIShINING ASOSIY QONUNLARI. BUGER-LAMBERT-BER QONUNI

Mavzuga oid tayanch tushuncha va iboralar: monoxromatik nur, Lambert Ber qonuni, nur yutilishi, optik zichlik, miqdoriy aniqlash, element analizi.

REJA

1. Nur yutilishning asosiy qonunlari (Buger, Lambert va Ber) mohiyati.
2. Yutilayotgan nurning miqdori tushayotgan nurning intensivligiga bog'liq emasligi..
3. Qalinlik o'zgarmas bo'lganda optik zichlikning kontsentratsiyaga to'g'ri proportsional ekanligi.
4. Nurning yutilish qonunidan chetlanishlar

Darsning maqsadi: Talabalarga nur yutilishning asosiy qonunlari, ya'ni Buger, Lambert va Ber qonunining mohiyatini, yutilayotgan nurning miqdori tushayotgan nurning intensivligiga bog'liq emasligi, shuninigdek, nur yutilayotgan qatlam qalinligi o'zgarmas bo'lganda optik zichlikning kontsentratsiyaga to'g'ri proportsional ekanligini tushuntirishdan iborat.

Indentiv o'quv maqsadlari:

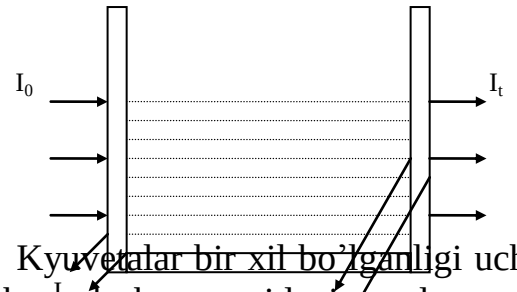
1. Nur yutilishning asosiy qonunlari haqida ma'lumotga ega bo'lishadi
2. Tekshirilayotgan modda optik zichligining kontsentratsiyaga to'g'ri proportsional ekanligini asoslab bera oladi. .
3. Fizik-kimyoviy analizning xalq xo'jaligidagi ahamiyatini tushunadi. Birlashgan Buger-Lambert-Ber qonunni tushunadi
4. Nurning yutilish qonunidan chetlanishlar.

Nur yutilishining asosiy holatlari va qonunlari spektrning barcha sohalariga rentgen nurlaridan boshlab to radionurlanishgacha taalluqlidir.

Biror eritmaga monoxromatik nur tushirilsa, bu nurning bir qismi qaytariladi, bir qismi yutiladi va bir qismi esa, eritmadan o'tib ketadi.

Eritmaga tushayotgan nurning intensivligini quyidagicha ifodalash mumkin:

$I_0 q I_k Q I_{yu} Q I_{o't}$



5-rasm. Nur oqimining rangli eritmadan o'tishi

Kyuvetalar bir xil bo'lganligi uchun, qaytgan nurning miqdori bir xil ekanini hisobga olsak, yuqoridagi tenglama soddalashadi va uni $I_0 q I_{yu} Q I_{o't}$ holda yozish mumkin.

1729 yil Buger va 1760 yil Lambert bir-biriga bog'liq bo'lmagan holda (bir-biridan bexabar) nur yutilishning birinchi qonunini ochdi. Bu qonunga muvofiq:

"O'tkazuvchi muhit yutgan nurning solishtirma miqdori, tushayotgan nurning intensivligiga bog'liq emas. Birxil qalinlikdagi xarbir qatlam eritmaning kontsentratsiyasi o'zgarmas bo'lganda tushayotgan monoxromatik nurni teng miqdorda yutadi." Ma'lum bir qatlamdan o'tgan nurning intensivligi ikki barobar kamayadi deb faraz qilsak nur oqimi intensivligini o'tgan qatlamning qalinligiga bog'liqligini grafik ravishda ko'rsatish mumkin.

Bu bog'lanish quyidagicha matematik tenglama bilan ifodalanadi.

I_Z q $I_0 e^{-ke}$

bunda I_z- qatlamdan o'tgan nurning intensivligi

I_0- tushayotgan yorug'lik nurining intensivligi

k- yutilish koeffitsienti. (jismning nur yutilishini va uning xossasiga bog'liqligini xarakterlovchi koeffitsient).

ℓ - yutilish qatlami.

U tushayotgan nur intensivligini 10 marta kamaytirish uchun kerak bo'lgan nur yutuvchi qatlamning qiymatiga to'g'ri keladi.

Faraz qilaylik, eritmadan o'tganda yorug'lik nurining intensivligi 10 baravar kamaygan bo'lsin ya'ni

$\frac{I_t}{I_0} = \frac{1}{10}$ бунда $\frac{1}{10} = 10^{-1}$ булса $10^{-k\ell} = 10^{-1}$ ва $k \cdot \ell = 1 \Rightarrow k = \frac{1}{\ell}$

K - yutilish koeffitsienti faqat eritmadagi moddaning tabiatiga, tushayotgan nurning to'lqin uzunligi va haroratga bog'liq.

Ber eritmalarda nurning yutilishini o'rganib, 1852 yilda yutilish koeffitsienti K ning nurni yutayotgan modda kontsentratsiyasiga to'g'ri proportsional ekanligini aniqladi.

K q εS bunda

ε- yutilish koeffitsienti va u kontsentratsiyaga bog'liq emas

Bu koeffitsient molyar so'ndirish koeffitsienti deyiladi.

S - moddaning kontsentratsiyasi.

Buger-Lambert qonuni modda kontsentratsiyasi o'zgarmas bo'lganda nurning yutilishi yutuvchi qatlamning qalinligiga bog'liq ekanligini ifodalasa, Ber qonuni nurning yutilishi kontsentratsiyaga bog'liqligini ifodalaydi:

Xar ikki qonun birlashtirilib Buger-Lambert -Ber qonuni deb qabul qilindi va quyidagi formula bilan ifodalanadi.

$I_t = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon c \ell}$ ёки логарифмик холда $\lg \frac{I_0}{I_t} = e\ell c$

$\lg \frac{I_0}{I_t}$ kattalik nur yutayotgan moddaning optik zichligi deb ataladi va A harfi bilan belgilanadi.

Bu erda *A* - optik zichlik, nurning yutilgan miqdorini ifodalovchi, o'lchovi yo'q kattalik.

Buger-Lambert-Berning umumlashtirilgan qonuni quyidagicha ta'riflanadi:

Eritmaning optik zichligi bir xil sharoitda moddaning molyar so'ndirish koeffitsienti va yutish qalinligi bir hil bo'lganda, kontsentratsiyaga to'g'ri proportsional.

Aniqlanayotgan eritmadan o'tgan monoxromatik nur oqimi intensivligining dastlabki tushayotgan nur oqimi intensivligiga nisbati shaffoflik yoki o'tkazilish deyiladi va T xarfi bilan belgilanadi.

$T = I_t / \ I_0 = 10^{-\varepsilon c \ell}$

Bu nisbatan foizlarda ifoda qilinishi mumkin. 1 sm qalinlik qabatiga to'g'ri kelgan T ning qiymati o'tkazilish koeffitsienti deyiladi.Optik zichlik bilan o'tkazilish koeffitsienti o'zaro bog'lanadi.

$A = \lg \frac{1}{T}$ ёки $A = -\lg T$ yoki T ni foizlarda ifodalasak A q 2-IgT

Ber qonunidan foydalanilganda birnecha talablar qo'yiladi.

1) Tushayotgan nur qat'iy monoxromatik

2) rangli eritma etarlicha suyultirilgan

3) aniqlanayotgan komponent barqaror tarkibli birikmaga aylantirilgan va nihoyat

4) eritmaning barcha begona komponentlari kontsentratsiyasi va tabiati xamma holda deyarli o'zgarmas bo'lishi kerak.

Nur yutilishining asosiy qonunidan chetlanish hollari.

Ber qonuni faqat suyultirilgan eritmalar uchun to'g'ri keladi va shuning uchun uni ishlatish sohasi biroz chegaralangan. Bu qonundan chetlanish quyidagi hollarda sodir bo'ladi.

1) Aniqlanayotgan ion rangli birikmaga o'tkaziladi, Me Q R $\rightarrow$ MeR

bunda Me- aniqlanayotgan ion, ko'pchilik hollarda rangsiz yoki juda och rangga ega

R- reagent, uning rangi MeR rangidan farq qiladi

MeR - rangli birikma.

Masalan temir (III) ioni kuchsiz sariq rangli, rodanid ioni rangsiz, ammo temir rodanidi kompleksi to'q qizil rangli. Bu reaktsiya qaytar reaktsiya bo'lib, MeR ning dissotsilanish konstantasini quyidagicha ifodalash mumkin.

$$K = \frac{[Me][R]}{[MeR]} = C\frac{\alpha^2}{1-\alpha}$$

bunda

s-rangli MeR kompleksi kontsentratsiyasi

α-MeR birikmasining dissotsilanish darajasi.

Eritmaning rang intensivligi ranli va rangsiz zarrachalarning nisbatiga bog'liq. Eritmaning umumiy kontsentratsiyasining o'zgarishi bir vaqtning o'zida birikmaning dissotsialanishiga olib keladi. Natijada eritmani suyultirilganda yoki kontsentratsiyasi oshirilganda, fotometriyaning asosiy qonunidan chetlanish sodir bo'ladi.

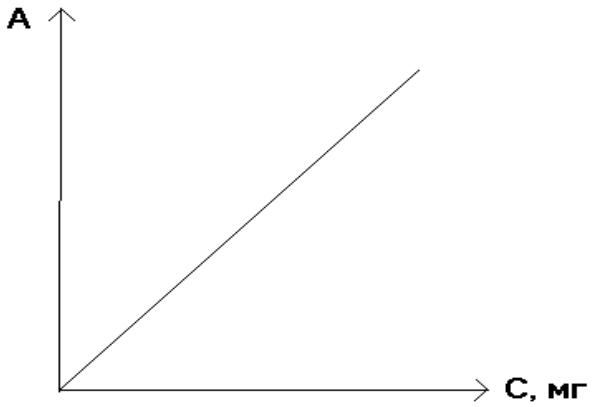
2) Rangli birikmalarning ko’pchiligida eritmada rN o’zgarganda, kompleksning molyar so’ndirish koeffitsenti ham o’zgarib ketadi.

3) Kompleks birikmalarning rang o’zgarishi vaqtga xam bog’liq bo’ladi. Ba’zan kompleks hosil bo’lganda rangi och bo’lib, vaqt o’tishi bilan to’qlashaveradi va aksincha. Fotometrik analizda avval, shu eritma rangining qancha vaqt ichida turg’un bo’lishini bilib olish kerak.

4) Rangining intensivligi, binobarin, nurning yutilishi ham ko’pincha haroratga bog’liq bo’ladi.

Eritmada begona ionlarning bo’lishi birnecha xil ta’sir qilishi (begona ionlar rangli bo’lsa, reagent bilan reaktsiyaga kirishsa yoki eritmaning rangiga ta’sir etsa va xakazo) ham qonundan chetlanishga olib keladi.

Buger-Lambert-Ber qonuni kontsentratsiyaning muayyan chegaralaridagina to’g’ri chiziqlidir. Buni grafik ravishda quyidagicha tasvirlash mumkin;



6-rasm. Optik zichlikning rangli modda kontsentratsiyasiga bog’liqlik grafigi.

Bu chegaralardan chetga chiqqanda qonunning to’g’ri chiziqliligi bajarilmaydi, buning bir necha sabablari bor. Bu sabablardan biri nurning monoxromatik bo’lmasligidir, chunki qonunni keltirib chiqarganda asosiy shart sifatida nurning monoxromatikligi qo’yilgan edi. Aslida aniq monoxromatik nurni hosil qilish juda qiyin, chunki har qanday nur boshqa to’lqin uzunligiga ega bo’lgan nur bilan birga bo’ladi.

Monoxromatiklikdan tashqari nurning modda eritmasiga tushganda sochilishi ham qonundan chetga chiqishga olib keladi. Linza, ko’zgu va boshqa optik materiallardan qaytgan va sochilgan begona nurlar manbadagi barcha to’lqin uzunliklarga ega bo’lgan nurlardir. Shuning uchun ham tekshiriladigan moddaga monoxromatik nurgina emas, balki sochilgan nur ham tushadi. Yutilish qonunidan chetga chiqishga, bulardan tashqari, kimyoviy jarayonlar ham ta’sir ko’rsatadi. Dissotsiatsiya, assotsiatsiya, gidroliz, solvoliz, komplekslanish, oraliq moddalar hosil bo’lishi, zollar, toutomer o’zgarishlar, o’zaro ta’sir (eritmadagi moddalar,erituvchi va h.k.) yoki boshqa kimyoviy o’zgarishlar natijasida tekshiriladigan moddaning kontsentratsiyasi o’zgaradi, bu esa optik zichlikning egri chiziqli o’zgarishiga olib keladi.

Shunday qilib nur yutilishining asosiy qonuni faqat suyultirilgan eritmalar uchun, quyidagi shartlar qanoatlantirilgan sharoitlardagina etarlicha va qat'iy amal qiladi:

1.Bu qonun eritmaga tushayotgan nur qat'iy monoxromatik bo'lganda to'g'ri natija beradi; $A_\lambda = \varepsilon_\lambda \cdot C \cdot l$ formuladagi λ, A va ε ning qiymatlari to'lqin uzunligi λ ga teng bo'lgan monoxromatik nurlanishga dahldorligini ko'rsatadi.

2.Eritmada begona ionlarning bo'lishi tekshirilayotgan eritmadagi molekulalarning deformatsiyalanishini yuzaga keltiradi, buning natijasida bu birikmalarning yorug'lik nurini yutishi o'zgaradi.

3.Nur yutilishiga gidroliz, kompleks hosil bo'lishi, oraliq mahsulotlar hosil bo'lishi, molekulalarning tautomer o'zgarishlari, shuningdek solvatlanish kabi omillar ta'sir qiladi.

4.O'lchash davomida harorat doimiy saqlanib turishi kerak.

Optik zichlikni o'lchash yo'li bilan biror aniqlanadigan komponentning miqdorini aniqlash uchun quyidagi usullar qo'llaniladi:

bir yoki ikki standart bilan taqqoslash usuli;

darajalangan grafik usuli;

qo'shimcha qo'shish usuli;

Muxokama uchun savollar

1. Nur yutilishi birinchi qonunining mualliflari kim va uning ta'rifi nimadan iborat?
2. Yutilish koeffitsienti qanday omillarga bog'liq?
3. Shaffoflik va o'tkazuvchanlik deb nimaga aytiladi? O'tkazuvchanlikning matematik ifodasini keltiring.
4. Optik zichlik deb nimaga aytiladi?
5. Buger-Lambert-Ber umumlashgan qonunining ta'rifi nimadan iborat?
6. Qanday hollarda Ber qonunidan chetlanishlar ro'y beradi?
7. Qaysi holatlarda Ber qonuni o'rinli bo'ladi?
8. Eritmaning optik zichligi qanday omillarga bog'liq bo'ladi?

Zarur adabiyotlar:

1. Zolotov Yu. A., Doroxova E. N., Fadeeva V. I. i dr. V 2 kn. Kn. 2 Osnovo' analiticheskoy ximii. M.: "Vo'sshaya shkola" 1999, S. 268-273.
2. Vasilev V. P. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2.
M.: "Vo'sshaya shkola" 1989, S. 50-52
3. Pilipenko A. T., Pyatnitskiy I. V. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Ximiya" 1990, S. 315-319.
4. Bonchev P. R. Vvedenie v analiticheskuyu ximiyu. Per. s bolg. pod red. B. I. Lobova. L.: "Ximiya" 1978, S. 376-387.

FOTOMETRIK ANALIZ. MOLYaR SO'NDIRISh KOEFFITsIENTI
Fotometriyada optimal sharoitni tanlash

Mavzuga oid tayanch tushuncha va iboralar: fotometrik reaktsiya, monoxromatik nur, nur yutilishi, optik zichlik, miqdoriy aniqlash, molyar so'ndirish koeffitsienti, additivlik, spetsifik, to'yinish nuqtasi, termostatlash.

Mavzuga oid muammolar

1. Molyar so'ndirish koeffitsienti , unga ta'sir etuvchi omillar.
2. Optik zichlik va uning qanday omillarga bog'liqligi.
3. Fotometrik analizda optimal sharoitni tanlash.

Darsning maqsadi: Talabalarga molyar so'ndirish koeffitsienti , unga ta'sir etuvchi omillar, optik zichlik va uning qanday omillarga bog'liqligi, fotometrik analizda optimal sharoitni tanlash

Indentiv o'quv maqsadlari:

1. Molyar so'ndirish koeffitsienti va unga ta'sir etuvchi omillarni tushunadi.
2. Fotometrik analizda optimal sharoitni tanlashni o'rganadi
3. Nurning yutilishiga turli omillar ta'sirini asoslab bera oladi..

Analizning fotometrik usuli eritma tarkibidagi aniqlanadigan komponentni dastlab rangli birikmaga aylantirib, so'ngra shu komponentni ma'lum qalinlikga ega bo'lgan eritma rangli qavatining optik zichligi (nur yutilishi)ni o'lchashga asoslangan. Agar eritmaning optik zichligini o'lchashda ma'lum to'lqin uzunliklarga ega bo'lgan (taxminan monoxromatik) nurdan foydalanilsa bu metodni fotokolorimetrik metod deyiladi. Spektrofotometrik metod fotokolorimetrik metodga qaraganda aniqligi va selektivligi yuqori bo'lgan usul hisoblanadi, lekin analiz jarayonini o'tkazish murakkab va qimmatbaho asbob-uskunalarni talab qiladi. Fotokolorimetrik metod barcha analitik parametrlar bo'yicha spektrofotometrik metoddan orqada turadi, lekin u asboblarning juda oddiyligi va arzonligi bilan ajralib turadi. Barcha fotometrik metodlar asosida Lambert-Buger-Berning nur yutilishi qonuni yotadi. Bu qonun moddaning kontsentratsiyasi bilan yutilgan nur intensivligi orasidagi miqdoriy bog'lanishni ifodalaydi. 1729 yilda Buger modda eritmasi qatlamidan o'tgan nurning yutilishi bilan qatlamning qalinligi orasidagi bog'liqlikni o'rgandi, 1760 yilda Lambert matematik ifodaladi. Ber esa qonunni aniq eritmalarda sinab ko'rib, uning to'g'riligini tekshirgan. Intensivligi I_0 bo'lgan monoxromatik nur qalinligi dl bo'lgan qatlam orqali o'tganda, uning intensivligi dI qiymatga kamayadi. Buni

$$dI = \alpha I dl$$

tarzda ifodalash mumkin. Eritmadan o'tgan yorug'lik intensivligining kamayishi o'tkazish koeffitsienti (yoki to'g'ridan-to'g'ri o'tkazish) deyiladi va T harfi bilan belgilanadi:

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

Bu erda I va I_o -eritma va toza erituvchidan o'tgan yorug'lik intensivligidir.

$\frac{I}{I_o} \cdot 100$ - o'tkazish foizi,

$I - \frac{I}{I_o}$ - eritmaga tushgan nurning yutilishi.

Ko'pchilik hollarda optik zichlik (A) qiymatidan ham foydalaniladi:

$$-\lg T = -\lg \frac{I}{I_o} = \lg \frac{I_o}{I} = A$$

Bundan $T = 1$ bo'lganda $A = 0$ va $T = 0$ bo'lganda $A = +\infty$ bo'lishi kelib chiqadi.

$$\alpha' = \varepsilon \cdot c$$

bu erda $\varepsilon -$ molyar yutish (so'ndirish) koeffitsienti;

$c -$eritma kontsentratsiyasi; Agar $c = 1 моль/дм^3$ bo'lsa,

$\alpha' = \varepsilon$ bo'ladi.

Shunday qilib, Buger-Lambert-Ber qonunini

$$A = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

ko'rinishda yozish mumkin.

Bu erda: $A -$ rangli eritmaning optik zichligi.

$C -$ rangli eritma kontsentratsiyasi, $моль/л$;

$l -$eritmaning nurni yutadigan qatlami qalinligi, (cm);

$\varepsilon -$molyar so'ndirish koeffitsienti;

Molyar so'ndirish koeffitsenti (ε) eritma qatlamining qalinligi 1 sm va undagi rangli birikmaning kontsentratsiyasi 1 $моль/л$ bo'lgandagi optik zichlikni xarakterlovchi o'zgarmas kattalikdir. Bu koeffitsient hosil bo'lgan rangli eritmaning ma'lum to'lqin uzunlikka ega bo'lgan nurni yutish qobiliyatini ko'rsatadi. Uning qiymati monoxromatik nurning to'lqin uzunligi (λ) ga bog'liq. Bu bog'lanishning grafik ko'rinishi esa rangli birikmaning yutilish spektri deyiladi (2-chizma). ε qanchalik katta bo'lsa, rangli birikmani qo'llashga asoslangan fotometrik usulning sezgirligi ham shunchalik katta bo'ladi. Usulning aniqlash sezgirligi yuqori bo'lishi uchun molyar so'ndirish koeffitsientining yuqori qiymatiga mos keluvchi to'lqin uzunligi tanlanadi, lekin eritmaning qolgan barcha komponentlari va reagentning ortiqcha miqdori bunday to'lqin uzunlikka ega bo'lgan nurni yutmaydi. Chegaralangan miqdorda yorug'lik filtrlari bo'lganda yoki ular o'tkazadigan yorug'lik nurining to'lqin uzunliklari intervali noma'lum bo'lganda, shuningdek aniqlanayotgan rangli eritma eng ko'p yutadigan nurning to'lqin uzunligi noma'lum bo'lganda ham albatta yorug'lik filtrlari tajriba yo'li bilan tanlanadi. Buning uchun rangli eritmaning optik zichligi har bir yorug'lik filtri bilan o'lchab chiqiladi va ulardan eng katta optik zichlik qayd qilingan yorug'lik filtri optimal yorug'lik filtri sifatida tanlab olinadi.

Demak optik zichlik bu o'lchovsiz kattalik bo'lib, u eritma qatlamiga tushayotgan nur intensivligining eritma qatlamidan o'tgan nur intensivligiga nisbatining o'nli logarifmiga teng;

$$A = \lg \cdot \left(I_0 / I_t \right)$$

Bu bog'lanish to'g'ri chiziqli ko'rinishga ega. Qonun

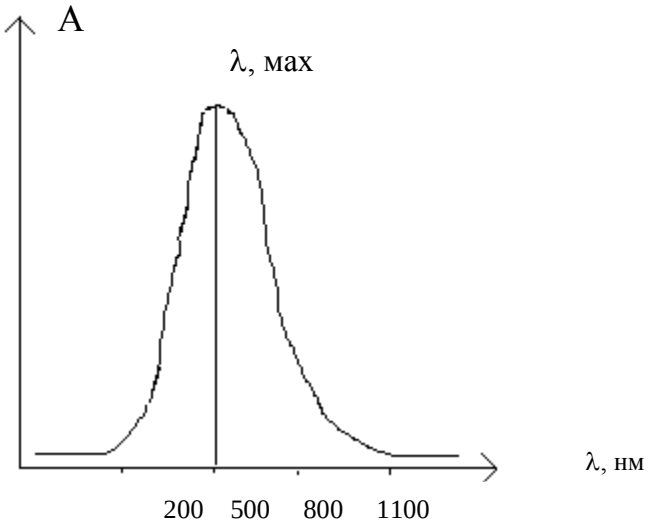
$$I = I_o \cdot 10^{-\varepsilon \cdot c \cdot l}$$

shaklda ham ifodalanishi mumkin.

Tenglamadan eritmaning optik zichligi rangli modda kontsentratsiyasiga va eritma qatlamining qalinligiga bog'liq degan xulosa kelib chiqadi. Modda eritmasi qatlamining qalinligi bir xil bo'lganda eritmada rangli moddaning kontsentratsiyasi qanchalik katta bo'lsa, uning optik zichligi shuncha yuqori bo'ladi.

Agar rangli moddaning kontsentratsiyasi bir xil bo'lsa, optik zichlik eritma qatlamining qalinligiga bog'liq bo'ladi. Demak rangli eritmaning kontsentratsiyasi (C) ni aniqlash uchun uning optik zichligi (A) ni o'lchash kerak ekan. Optik zichlikni o'lchash uchun esa yorug'lik oqimining intensivligini o'lchash zarur.

Buger-Lambert-Ber qonunining fizik ma'nosi shundayki, bitta rangli moddaning teng kontsentratsiyali eritmalari qatlamlarining qalinligi bir xil bo'lganida ularga yorug'lik energiyasi bir xil miqdorda yutiladi, ya'ni bunday eritmalarning yorug'lik yutishi bir xil bo'ladi.



7-rasm. Moddaning nur yutish spektri

Buger-Lambert-Ber qonuni universal bo'lib, faqat spektrofotometriyada emas, balki atom-absorbtsion, rentgen va IQ-spektroskopiya usullarida ham qo'llaniladi.

Bir yoki ikkita standart eritma bilan taqqoslash usulida, bir vaqtning o'zida aniqlanadigan moddaning alikvot qismidan rangli eritma tayyorlash bilan bir qatorda xuddi shunday sharoitda standart eritma alikvot qismidan rangli eritma shunday hisob bilan tayyorlanadiki, bunda ikkala eritmada ham aniqlanadigan

komponent miqdori bir-biriga yaqin bo'ladi. Har bir eritmaning optik zichligi o'lchanib, so'ngra analiz qilinadigan eritmaning alikvot qismidan tayyorlangan rangli eritmadagi aniqlanadigan komponentning noma'lum S_x kontsentratsiyasi quyidagi proportsiyadan topiladi:

$$C_{cm} \cdot C_X = A_{cm} \cdot A_X$$

Bunda S_{st}–standart eritmadagi aniqlanadigan komponentning ma'lum kontsentratsiyasi;

A_x va A_{st}- analiz qilinadigan va standart eritmalardan tayyorlangan eritmalar optik zichliklari.

Agar A_x A_{st} dan keskin farq qilsa, u holda yangi rangli standart eritmani shunday tayyorlash kerakki bunda uning optik zichligi A_x bilan deyarli bir xil bo'lishi lozim. Bitta standart bilan taqqoslash usulini faqat birgina komponent miqdorini aniqlash (chegaralangan sondagi) uchun qo'llash qulaydir.

Darajalangan grafik usulini esa har bir komponentning turli o'lchashlardagi miqdorini aniqlash uchun ko'p sonli analizlarni bajarishda qo'llash maqsadga muvofiqdir. Uning uchun aniqlanadigan komponentning ortib boruvchi kontsentratsiyalari asosida 5-10 ta rangli standart eritmalar tayyorlanadi va ularning optik zichliklari o'lchanadi. Olingan natijalar asosida grafik chiziladi. Abstsissa o'qiga aniqlanadigan komponent kontsentratsiyasi, ordinata o'qiga esa tegishli optik zichliklar qiymati qo'yiladi. Barcha tayyorlangan variantlarning kontsentratsiyalari oralig'ida Lambert-Buger-Ber qonunidan chetlanish bo'lmasa, u holda grafikka tushirilgan nuqtalar koordinata boshidan o'tib, bir to'g'ri chiziqda yotadi aks holda (yuqori kontsentratsiyali eritmalarda) qonundan chetlanish sodir bo'ladi. Shu tariqa darajalangan grafik tuzish nur yutilishi asosiy qonunining bajarilishini tekshirish usuli hamdir. Tajribada topilgan barcha nuqtalarning koordinata boshidan o'tadigan bir to'g'ri chiziqda yotishiga ishonch hosil qilingach, eng kichik kvadratlar usuli bilan quyidagi tenglama bo'yicha hisoblanadi:

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

Bu tenglama yordamida analiz qilinadigan eritma alikvot qismidan tayyorlangan rangli eritmadagi aniqlanadigan komponent kontsentratsiyasini hisoblash mumkin. Tenglamadagi «K» koeffitsientning qiymati eng kichik kvadratlar usuli bilan quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$K = \frac{\sum_{i}^{p} C_i \cdot A_i}{\sum_{i}^{p} C_i^2}$$

Bunda A_i va C_i tegishli i-inchi standart eritma optik zichligi (nur yutilishi) va kontsentratsiyasi, $мг/мл$ larda; p -standart eritmalar soni.

Standart qo'shimcha qo'shish usulida ikkita bir xil o'lchov kolbalariga pipetka yordamida analiz qilinadigan eritmadan bir xil hajmda olinib, ikkinchi kolbaga pipetka yordamida ma'lum hajmdagi aniqlanadigan komponentning standart

eritmasi qo'shiladi. So'ngra har bir kolbaga aniqlanadigan komponentni rangli birikmaga aylantiradigan bir xil miqdorlardagi zarur reagentlar solinib, chizig'igacha distillangan suv quyiladi. Ikkala eritma ham aralashtiriladi va ularning optik zichliklari o'lchanadi. Analiz qilinadigan eritmadagi aniqlanadigan komponentning noma'lum kontsentratsiyasi olingan natijalar asosida quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

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

bu erda, V_x –rangli eritma tayyorlash uchun olingan analiz qilinadigan eritma hajmi;

V_{sm}-ikkinchi kolbaga qo'shimcha aniqlanadigan komponent standart ertmasining hajmi;

S_{sm}-aniqlanadigan komponentning standart eritmadagi kontsentratsiyasi;

A_1-birinchi rangli eritma optik zichligi;

A_2-ikkinchi rangli eritma optik zichligi.

Barcha fotometrik aniqlashlarda, tekshirilayotgan eritmada analitik shakl to'la hosil bo'lishi va Buger-Lambert-Ber qonunidan chetlanish mumkin qadar sodir bo'lmasligi yoki bu qonundan chetlanishning minimal darajasini ta'minlaydigan optimal sharoitlarda olib borish maqsadga muvofiqdir. Qulay optimal sharoitni odatda eritma rN qiymatining optimal qiymati, reagentning etarli darajada mo'l bo'lishi, analitik (fotometrik) reaktsiyalarning tanlovchanligi va nur yutilishi uchun eng qulay sharoitlar tashkil qiladi.

Fotometrik aniqlashlarda rangli birikmalar olish uchun qo'llaniladigan kimyoviy reaktsiyalar bir qator talablarga javob berishi kerak, ular quyidagilardir:

1. Reaktsiya natijasida rangli mahsulot hosil bo'lishi kerak. Buning uchun kompleks birikma hosil qilishdan foydalanish, xromofor guruhlarni kiritish, oralab keluvchi π-bog'lari miqdorini oshirish va boshqa usullardan foydalanish mumkin.

2. Fotometrik reaktsiya mahsulotining tarkibi o'zgarmas bo'lishi kerak. Masalan, kompleks birikmalarning tarkibini barqaror etish uchun muhitning sharoiti, mo'l miqdorda reagent eritmasi, reaktsiyani o'tkazishning optimal vaqti tanlanadi.

3. Fotometrik reaktsiya mahsulotining rangi juda intensiv bo'lishi kerak. Fotometrik reaktsiyalar uchun molyar yutish koeffitsientlari 5000-10000 dan kam bo'lmagan mahsulotlar hosil qiladigan reaktsiyalar yaroqlidir. Bu holda reaktsiya nihoyatda sezgir bo'ladi.

4. Barcha fotometrik o'lchashlar mutlaqo bir xil sharoitlarda o'tkaziladi: zaruriy reagentlar tekshiriluvchi eritmaga ham, taqqoslash eritmasiga ham qo'shiladi va rN, temperatura hamda eritmalarning hajmi tenglashtirilib turiladi.

5. Fotometrik reaktsiyalar kerakli yo'nalishda to'liq borishi kerak.

6. Fotometrik reaktsiya tanlovchan bo'lishi va faqat muayyan komponent bilangina sodir bo'lishi kerak.

Fotometrik reaktsiyalardan anorganik moddalar analizida, shuningdek, organik moddalarning ekstragentlik xususiyatlarini tekshirishda ham keng ko'lamda foydalaniladi.

Barcha analiz metodlaridagi kabi optik analiz metodlarida ham reaktsiyaning sezgirligi muhim ahamiyatga ega.

Nur yutuvchi xar qanday sistemaning asosiy xarakterlovchi kattalik, berilgan to'lqin uzunlikdagi molyar so'ndirish koeffitsientidir. Nur yutilishining asosiy qonuniga binoan

$$\varepsilon = A/\ell c$$

Bu kattalikning fizik ma'nosi shundan iboratki, eritmada *erigan moddaning kontsentratsiyasi 1 molG'l va yutish qalinligi 1 sm, bo'lgandagi optik zichlikka teng bo'ladi va u molyar so'ndirish koeffitsienti deyiladi.*

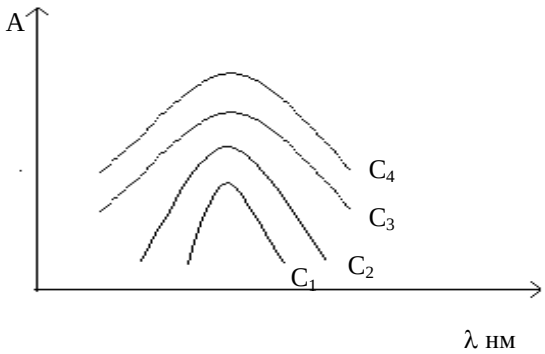
Nur yutilishning molyar so'ndirish koeffitsienti ε_λ, eritmadan o'tayotgan nurning to'lqin uzunligiga, erigan moddaning tabiatiga eritmaning haroratiga bog'liq bo'lib, yutayotgan qabatning qalinligiga va kontsentratsiyasiga bog'liq emas. Molyar so'ndirish koeffitsienti ayni reaktsiyaning sezgirligini ifodalaydi. Moddalarning xar xil bo'lishiga qarab ε ham turli qiymatga ega bo'ladi.

$\varepsilon=20\bullet10^3$ bo'lsa reaktsiya sezgirligi kam

$\varepsilon=2\bullet10^5$ bo'lsa reaktsiya eng yuqori sezgirlikka ega deb hisoblanadi.

Kompleks turg'un bo'lsa yaxshi natija olish mumkin, aks holda shartli ε topiladi xolos.

Optik zichlik: Eritmaning optik zichligi 1) yutayotgan nurning to'lqin uzunligi (λ) ga bog'liq. To'lqin uzunlikka bog'liqligini ifodalaydigan egri chiziq, yutilish spektri deyiladi.



8-rasm. Nur yutilishining to'lqin uzunligiga bog'liqligi

2) Kontsentratsiyaga bog'liq

Odatda bu bog'liqlik darajalangan grafik deyiladi. Bu grafikdan foydalanib noma'lum, moddaning miqdori topiladi.

3) Yutish qalinligiga (I) bog'liqligi.

Yutish qalinligi I-ni shunday tanlash kerakki, o'lchanayotgan optik zichliklar 0,1÷1,0 oralig'ida bo'lsin. Shu oraliqda xatolik minimal bo'ladi.

O'zaro kimyoviy reaktsiyada kirmaydigan moddalar aralashmasining optik zichligi qiymati alohida moddalar optik zichliklari yig'indisiga teng. Bu qoida additivlik qoidasi deyiladi.

$$A_{umum} = \varepsilon_1 s_1 \ell + \varepsilon_2 s_2 \ell + \varepsilon_3 s_3 \ell + ... + \varepsilon_n s_n \ell = \ell \sum_{i=1}^{n} \varepsilon_i c_i$$

Bu qoida ko'p komponentli sistemalarni bir-biridan ajratmagan holda miqdoriy analiz qilishda ishlatiladi.

Fotometrik analiz metodida optimal sharoitni aniqlash

Modda miqdorini aniqlashda dastlab uning optimal sharoiti tanlanadi.

Fotometrik aniqlashning optimal sharoitini tanlash quyidagi tartib bo'yicha amalga oshiriladi.

1. Tekshiriladigan birikmaning eritmasi qaysi to'lqin uzunligida nurni maksimal yutishini aniqlash.

Buning uchun spektrofotometrda 200-760 nm oraligida eritmaning nur yutishi qaysi to'lqin uzunlikda katta ekanligini topamiz.

Aniqlanayotgan modda bilan reagentning eritmasi S_R:S_m 1, 10, 0,1 nisbatda tayyorlanib, rN ning har xil qiymatlarida o'lchanadi. Bunda rK_a<rN bo'lishi kerak.

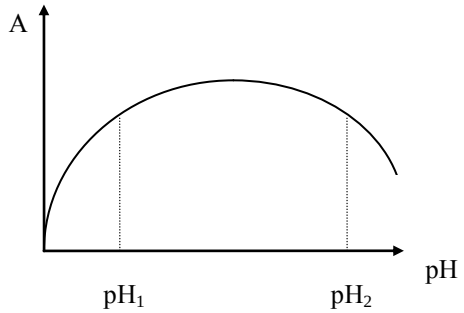
Eritmaning optik zichligi reagentga nisbatan o'lchanadi va yutilish spektridan λ_{max} topiladi. Keyingi eritmalarning optik zichliklari shu to'lqin uzinligida o'lchanadi.

Miqdor jixatdan aniqlanayotgan modda kompleksga to'la o'tishi uchun reagent 2-5 marta ortiqcha qo'shiladi. Agar kompleks bilan bir qatorda reagent ham nurni yutsa, reagent miqdorini juda ortiq solish yaramaydi, chunki solishtirma eritmaning optik zichligi ortib ketadi.

2. rN ning optimal qiymatini topish

Nur yutadigan birikmaning hosil bo'lishi uchun eng qulay rN chegarasi nechaga teng ekanligini aniqlash uchun rN ning har xil qiymatlarida eritmaning optik zichligi o'lchanadi va $A(\Delta A)$=f(rN) grafigi chiziladi.

Grafikdan rN ning optimal qiymatlari chegarasi ($\Delta rH = rN_1 - rN_2$) topiladi.



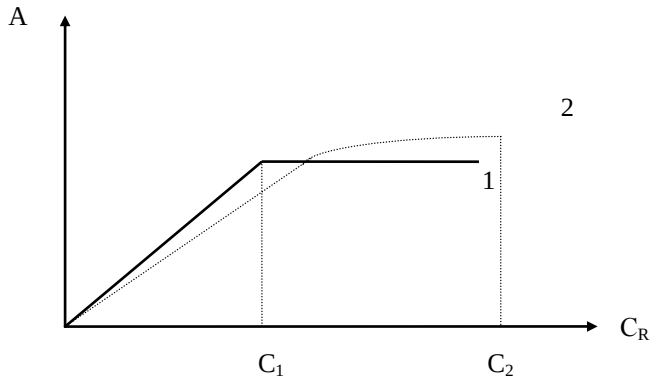
9-rasm. Eritma optik zichligining rN ga bog'liqligi

Agar rangli birikma suvsiz erituvchi bilan ajratib olinsa, u vaqtda ekstraktsiya maksimal bo'ladigan rN qiymatini topish kerak bo'ladi.

3. Aniqlanayotgan ionni rangli birikmaga to'la bog'lash uchun reagentning kerakli miqdorini aniqlash.

Reagentning kerakli miqdori nazariy hisob qilinadi reaktsiya mahsulotining maksimal hosil bo'lishi, ya'ni nurning eng ko'p yutilgan nuqtasi aniqlanadi.

Buning uchun ionning miqdori bir xil, reagentning miqdorini har xil ortib boruvchi miqdorda bir necha eritmalar seriyasi tayyorlanadi. Eritmalarning optik zichliklari o'lchanib, *A* (yoki ΔA) ning S_R kontsentratsiyasiga bog'liqligi topiladi. Agar turg'un kompleks hosil bo'lsa, $A(\Delta A)=f(S_R)$ egrisida keskin burilish paydo bo'lib, barqaror rangli eritma hosil bo'lganligi, "to'yinish nuqtasi" reaktsiya mahsulotini maksimal miqdorda hosil qilish uchun sarf bo'ladigan reagentning minimal miqdorini ko'rsatadi. To'yinish egri chizig'ida keskin burilish bo'lmasa hosil bo'lgan kompleksning turg'unligi kam bo'ladi: bu vaqtda to'yinish nuqtasini topish uchun, egri chiziq endigina ko'tarila boshlaganda reaktiv qo'yishni to'xtatish kerak. (2-egri)



10-rasm. Reagentning optimal miqdorini aniqlash.

1. Turg'un birikmaning hosil bo'lishi
2. Beqaror birikmaning hosil bo'lishi

4. Eritmanig nur yutishga harorat va vaqtning ta'sirini aniqlash. Harorat o'zgarishi bilan eritmaning optik zichligi xam o'zgarish mumkin. Agar 2-3^{0}S ham natijasiga ta'sir qilsa, oxirgi nuqtani optik zichligini o'lchashdan oldin, fotometrlanadigan eritmani termostatlash kerak.

Eritma rangini vaqti-vaqti bilan (masalan xar 5 minutda) optik zichlikning o'zgarishini o'lchab, turg'un bo'lgan oraliq aniqlanadi. Ko'pchilik rangli eritmalarda rang intensivligi uzoq vaqt saqlanadi, ya'ni hosil bo'lgan rangli birikma turg'un bo'ladi.

Savollar

1. Molyar so'ndirish koeffitsienti deb nimaga aytiladi?
2. Molyar so'ndirish koeffitsienti nimalarga bog'liq?
3. Yutilish spektri deb nimaga aytiladi?
4. Additivlik qoidasi nima?

5. Fotometrik analizda optimal sharoitni tanlashda qanday omillar asos qilib olinadi?
6. Optimal reagentni tanlashda qanday mezon asos qilib olinadi?
7. Reaktsiyaning kontrastligi nimani bildiradi?
8. Fotometrik metodning sezgirligi qanday kattalik bilan aniqlanadi?
9. Reagentning optimal miqdori qanday tanlanadi?
10. Fotometrik analiz metodida qanday eritmalar bilan ishlanadi va nima uchun?

Zarur adabiyotlar:

1. Zolotov Yu. A., Doroxova E. N., Fadeeva V. I. i dr. V 2 kn. Kn. 2 Osnovo' analiticheskoy ximii. M.: "Vo'sshaya shkola" 1999, S. 268-270.
2. Vasilev V. P. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T. M.: "Vo'sshaya shkola" 1989, S. 50-54.
3. Pilipenko A. T., Pyatnitskiy I. V. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Ximiya" 1990, S. 319-324.
4. Bonchev P. R. Vvedenie v analiticheskuyu ximiyu. Per. s bolg. pod red. B. I. Lobova. L.: "Ximiya" 1978, S. 376-381.
5. Fritts Dj. Shenk G. Kolichestvenno'y analiz. Per. s angl. rod red. Yu. A. Zolotova. M.: "Mir". 1978 g, S. 68-70.
6. Turobov N. T., Ibraimov Ch. I., Boboev N. B., Umbarov. I. O. Fizik-kimyoviy analiz metodlari. O'quv qo'llanma. Termiz 1999, 3-4 betlar.
7. Kreshkov A. P. Osnovo' analiticheskoy ximii. V 3-x tomax. T.3 M.: "Ximiya". 1977.

SPEKTROFOTOMETRIK ANALIZ METODI. ANALIZDAGI XATOLIKLAR

Mavzuga oid tayanch tushuncha va iboralar: Spektrofotometr. Fotoelektrokolorimetr, nur manbalari.nur filtrlari.prizmalar, detektorlar.

REJA

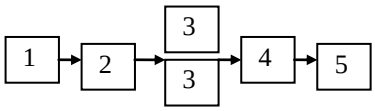
1.Spektrofotometrlarning asosiy bo'limlari (*SF-4, SF-4A,SF-10, SF-16, SF-26, SF-46 va hok)*
2.Fotoelektrokolorimetrlar (FEK-M, FEK-56, FEK-56M, KFK-2, KFK-2MP, FEK-60).
4.Nur manbalari.Nur filtrlari.
5.Prizmalar, ularning turlari ishlash printsiplari. Detektorlar.
6. Analizdagi xatoliklar va ularni qayta hisoblash.

Darsning maqsadi: Talabalarga Spektrofotometrlar, fotoelektrokolorimetrlar ularning nur manbalari va nur filtrlari, shuningdek, prizmalar, ularning turlari ishlash printsiplarini o'rgatishdan iborat.

Indentiv o'quv maqsadlari:

1. Spektrofotometrlarning ishlash qoidasini tushunadi..
2.Fotoelektrokolorimetrlar nur manbalari va nur filtrlari.
3.Prizmalar, ularning turlari ishlash printsiplari. Detektorlarni asoslab bera oladi.

Nur yutilishini o'lchashni ta'minlaydigan asbob ikki asosiy vazifani bajarishi kerak:
1) polixromat nurni parchalab, zarur bo'lgan to'lqin uzunlikdagi nurni ajratib berishi kerak.
2) moddaning nur yutishini o'lchash imkonini berishi kerak.
Har qanday spektral asbob quyidagicha bo'limlar bilan ta'minlangan bo'ladi: nur manbai, bizga kerakli bo'lgan to'lqin uzunlikdagi nurni ajratib beradigan qurilmasi (monoxromator yoki nurfiltr), kyuvetalar joylashtiriladigan bo'limi), detektor va indikator joylashgan bo'limi bo'ladi.
Quyida absorbtsion asboblarning asosiy qismlari sodda holda joylashtirilgani keltirildi:



Nurning yutilishini o'lchaydigan asbobning asosiy bo'limlari.
1. Nur manbai
2. Monoxromator yoki nurfiltr
3. Kyuvetalar
4. Signalni tok kuchiga aylanturuvchi asbob (detektor)
5. indikator

To'lqin uzunlikning qaysi sohasida ishlashga qarab, manba, monoxromator va detektor tanlanadi.

Bu sxemada nur manbai, monoxromator va detektor asosiy qismlar hisoblanadi.
Shuning uchun ularga batafsilroq to'xtalamiz.

1. **Nur manbai**

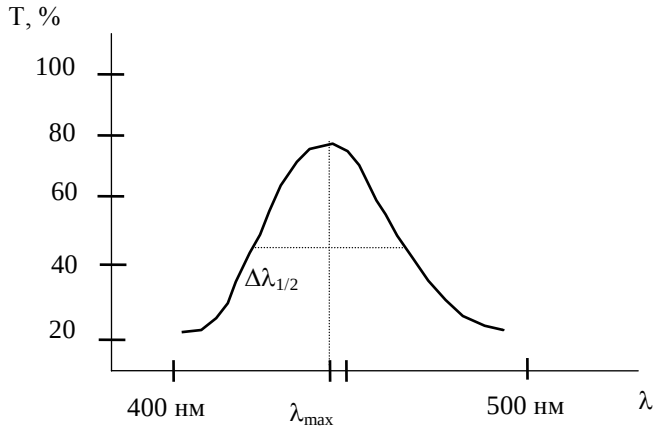
Ma'lum spektral sohada ishlash uchun asbob tegishli spektral intervalga va etarlicha intensivlikka ega bo'lgan nur manbai bilan jihozlangan bo'lishi kerak.

Ultrabinafsha sohada UB	Deyterili, vodorodli lampalar. Simobli lampalar ham chiziqli spektrlar beradi
Ko'rinuvchan va yaqin infraqizil soha	Odatdagi volframli lampalar.
Fundamental va uzoq infraqizil soha	Issiqlik nur manbalari, Nernst lampasi, Globar

	(SiC)

2.Monoxromatorlar

Yorug'lik filtlari shishalar, jelatina, tsellofanli moddalar yoki rangli suyuqliklar yorug'lik filtrlari bo'lishi mumkin. Bunday moddalar o'zidan qisqa intervaldagi to'lqin uzunligiga ega bo'lgan nurlarni o'tkazadi. Har bir yorug'lik filtri λ_{max} o'tkazuvchanlik va maksimumning yarim kengligiga ega bo'lgan ma'lum egrisi bilan xarakterlanadi.

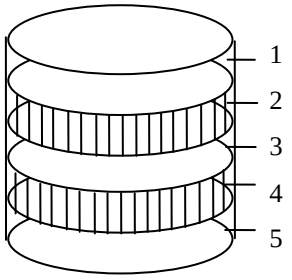


Maksimal o'tkazuvchanlikning yarim kengligi turli yorug'lik filtrlari uchun turlichadir. Uning qiymati 30-40 nm dan 100 nm gacha o'zgarishi mumkin. $\Delta\lambda_{1/2}$ = 100 nm li yorug'lik filtrlari bilan jihozlangan asboblarda moddalrning spektral xarakteristikalarini olib bo'lmaydi. Bunday hollarda yorug'lik filtrlari miqdoriy aniqlashning sezgirligi va aniqligini ma'lum miqdorda oshirish uchun xizmat qiladi. Bunday yorug'lik filtrlari FEK-M asboblariga o'rnatilgan.

$\Delta\lambda_{1/2}$ = 30-40 nm li yorug'lik filtrlari FEK-56, FEK-60, KFK-1, KFK-2, KFK-3 asboblariga o'rnatilgan. Bunday asboblar yordamida moddaning unchalik aniqlikka ega bo'lmagan spektral xarakteristikalarini olish mumkin. Bunday asboblarda qisqa polosali spektrlar olib bo'lmaydi. Keyingi yillarda interferentsion yorug'lik filtrlari ishlab chiqarilmoqda. Bu yorug'lik filtrlari 4 sm qalinlikka va $\Delta\lambda_{1/2}$ = 8-16 nm ga ega bo'lib, 350 nm dan-800 nm gacha spektral sohani qamrab oladi.

Yana $\Delta\lambda_{1/2}$ = 10, 20 va 40 nm li interferentsion yorug'lik filtrlari ishlb chiqarilmoqda. Bunday yorug'lik filtrlari 400-800 nm li spektral sohalarni qamrab oladi.

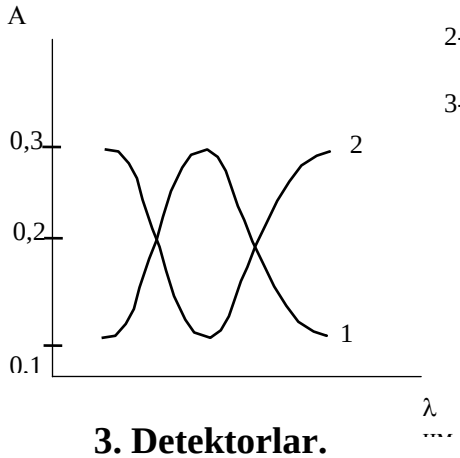
Bunday yorug'lik filtrlarining tuzilishi quyidagicha:



1,5-Химоя шишаси
2,4-кумуш қатлами
3-MgF_2 қатлами

Fotoelektrokolorimetrlarga nisbatan yanada takomillashgan asboblar mavjud. Bunday asboblarda nurni monoxromatlash uchun prizmalar va difraktsion panjaralar o’rnatilgan bo’lib spektrofotometrlar deyiladi.

SF-4 da dispergirlovchi prizma 200-1100 nm intervalida SFD-2 da difraktsion panjara 220-1100 nm intervalida. Moddalar eritmalarini fotometrlashda yorug’lik filtrlari quyidagich tanlanadi: bunda moddaning nur yutish maksimumi sohasi, yorug’lik filtrining maksimal o’tkazuvchanlik sohasiga to’g’ri kelishi kerak.



2- фотометрланадиган модданинг нур ютиш эгриси
3- Ёруғлик фильтрининг нур ўтказувчанлик эгриси

3. Detektorlar.

Vizual asboblarda detektor vazifasini analiz qiluvchining ko’zi bajaradi. Ammo inson ko’zi ko’rinuvchan spektral sohanigina sezadi va turli odamda ko’zning sezgirligi turlicha (ya’ni moda rangining intensivligini sezishi turlicha) bo’ladi.

Bunday hollarda rang intensivligini baholashda turlicha sub’ektiv xatoliklarga yo’l qo’yish mumkin.

Hozirgi zamon asboblarida nur intensivligini o’lchashda detektor sifatida fotoelementlar qo’llaniladi. Fotoelementning ishlashi Stoletov qonuniga asoslangan. Nur ta’sirida modda sirtidan elektronlar uziladi, natijada modda zaryadlanadi. Bu hodisa yorug’lik kvanti energiyasi elektronni modda sirtdan uzish uchun sarflanadigan ishdan va unga beriladigan kinetik energiyadan katta yoki teng bo’lgandagina amalga oshadi:

$$E = h \cdot \nu = \frac{h \cdot c}{\lambda} \geq A_{\text{уик}} + E_{\text{кин}}$$

Har bir yorug’lik sezuvchi modda uchun nurning ma’lum to’lqin uzunligi λ mavjud, u fotoeffekt hodisasi boshlanadigan fotoeffekt ostonasi deyiladi.

Fotoelementlar ma’lum to’lqin uzunligidagi elektromagnit nurlariga spektral sezgirligi va integral sezgirligi bilan xarakterlanadi.

Sezgirlikning spektral taqsimlanishi yorug’lik sezuvchi qatlamning tabiatiga va haroratga bog’liq bo’ladi.

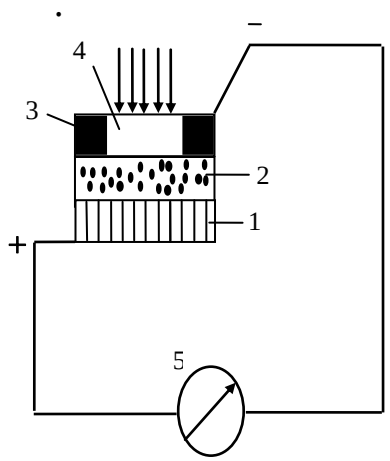
Stoletov qonuni bo’yicha fototok kuchi fotoelementga tushayotgan nurlanish intensivligiga to’ri proportsionaldir. Qat’iy proportsionallik monoxromatik nurlar uchungina o’rinlidir.

Ta’sir etish printsipi asosida fotoelementlar 3 ga bo’linadi.

1) Berkitiladigan qavatli fotoelementlar (ventilli ham deyiladi) Tashqi fotoeffektli fotoelemenlar (vakuumli yoki gaz to’ldirilgan).
2) Ichki fotoeffektli fotoelemenlar (fotoqarshiliklar).

Ventilli fotoelementlar quyidagicha tuzilgan:

Yarim shaffof metall plastinkasi va yarim o’tkazgich orasidagi chegaralari berkitiladigan qavat sifatida xizmat qiladi, chunki bu qavat metall plyonkadan yarim o’tkazgichga qarab faqat bir yo’nalishda o’tkazadi.



Темирдан қилинган пластинкага ярим ўтказгичнинг қатлами ўрнатилган *селен, мис(I)оксид, кумуш сульфиди) ва устидан ярим шаффоф металлнинг ультра юпқа плёнкаси қопланган(Au, Ag, Pt, Cu).

1-temir elektrod; 2-selenli yarim o’tkazgich; 3-metall halqa; 4-oltin plyonkali elektrod; 5-galvanometr.

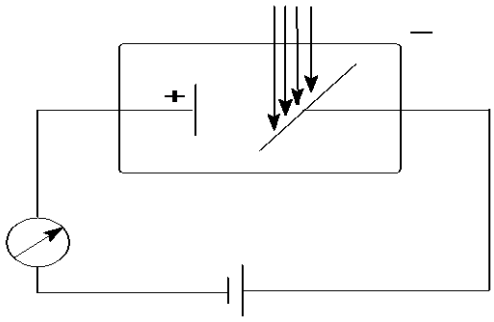
Fotoelementga yorug’lik nurlari tushirilganda yarim o’tkazgichdagi elektronlar qo’shimcha energiya oladi va bekituvchi qatlamdan o’tib, yarim shaffof metal plyonkaga keladi. Bu elektronlar galvanometr va temir elektrod orqali o’zining dastlabki o’rniga -yarim o’tkazgichga keladi. Shu bilan zanjir ulanadi va unda fototok hosil bo’ladi. Fotoelement -bu yorug’lik energiyasini elektr energiyasiga aylantirib beruvchi asbobdir.

Fotoelementga qanchalik yorug’lik ko’p tushsa, unda shuncha ko’p tok hosil bo’ladi.

Selenli fotoelement ko’zga ko’rinuvchan nurlar sohasida ishlaydi. Selen o’rniga kumush va talliy sulfidlari ishlatilsa ham bo’ladi. Ularning spektral sezgirlik sohasi yanada kengroqdir

Tashqi fotoeffektli fotoelementlar.

Bunday fotoelementlarning tishlash printsipi yorug’lik nuri ta’sirida elektronlarning “sezgir qatlam” katoddan anodga o’tishiga asoslangan.



Tashqi fotoeffektli fotoelementlardan ko’proq tarqalgani surma-tseziyli va kislorod-tseziylilaridir.

Surma-tseziyli UB va ko’rinuvchan nurlar sohasida ishlaydi.

Kamchiligi: tashqi kuchlanishdan foydalaniladi.

Bu fotoelementlarning srpektral sezgirligi ancha keng bo’lganligi uchun spektrofotometrlarda ishlatiladi.

Ichki fotoeffektli fotoelementlar (fotoqarshilik)

Bunday fotoelementlarning ishlash printsipi yorug’lik nurlari ta’sirida yarim o’tkazgichlar qarshiliklarining kamayishini o’lchashga asoslangan. Yarim o’tkazgichlar sifatida talliy oksidi va sulfidi aralashmasi, qo’rg’oshin sulfidi hamda selendan foydalaniladi.

Bunday fotoelementlar spektrning infraqizil sohasida sezgirdir.

Bunday fotoqarshilikli fotoelementlarning kamchiligi temperatura o’zgarishlariga sezgirligi va yuqori inertsionligidadir.

Fotoelementlar bilan ishlashda ularning quyidagi xossalarini e’tiborga olish lozim:

1) fotoelementlarning qarishi;
2) fotoelementlarning charchashi
3) fotoelement sirti turli qismlari sezgirligining bir xil emasligi.

FEK-56, FEK-56M.

Nur manbai -UB sohada simobli lampa va ko’zga ko’rinuvchan sohalarda cho’g’lanish lampasi. 9 ta maksimum o’tkazuvchanlikka ega bo’lgan yorug’lik filtrlariga ega.

	1	2	3	4	5	6	7	8
FEK-56 va FEK-56M	315	364	400	440	490	540	582	597
KFK-2	315	364	400	440	490	540	590	670

Kontsentratsion fotoelektrokolorimetrlar (KFK) bitta nur yo'liga ega.

Spektrofotometrlar

Qayd qilinmaydigan spektrofotometrlar SF-4, SF-4A, SF-16.

Nur manbai: vodorodli va deyteriyli lampalar UB sohada 186-380nm. cho'g'lanish lampasi ko'rinuvchan va IQ sohada 350-1100nm.

Monoxromator-dispergirlovchi prizma.

Detektorlar: surma-tseziyli fotoelement 186-650nm.

kislorod-tseziyli fotoelement 600-1100nm.

Bunday spektro fotometrlar 1ta nur yo'liga ega bo'lgan asboblar turiga kiradi.

Qayd qilinadigan spektrofotometrlar SF-10, SF-14, SF-26, SF-46 va boshq.

Bunday asboblar eritmalarning nur yutish spektrlarini va qattiq hamda kukun holidagi rangli moddalar spektrlarini o'zi chizadi. Nur yo'liga bu moddalarni qo'yib, asbob elektr tokiga ulansa sxema asosida asbob o'zi spektrni chizadi.

Spektr yozuvi 2 minutdan 12 minutgacha davom etadi.

Ikkilangan monoxromatorlar ishlatiladi. Nur manbai-cho'g'lanish lampasi.

Ish diapazoni 400dan 750nm gacha.

SF-10 va SF-14 2ta nur yo'liga ega.

SF-26 va SF-46 lar esa 1ta nur yo'liga ega.

Analizdagi xatoliklar

Analiz olib borilayotganda, albatta u yoki bu xatoga yo'l qo'yiladi. Hozirgi vaqtda analizdagi xatolarni turlicha sinflaydilar. Xatolarning eng ko'p tarqalgan ko'rinishlari quyidagilardir:

1.Analiz natijalarini hisoblash bo'yicha xatolar *mutlaq (absolyut)* xatolar va *nisbiy* xatolarga bo'linadi. Aniqlanayotgan moddaning haqiqiy qiymati bilan analizda olingan natijaning farqiga *mutlaq* xato deyiladi.

Mutlaq xatoning qiymatini, aniqlanayotgan moddaning haqiqiy qiymatiga bo'lgan nisbati, *nisbiy* xato deyiladi. Mutlaq xatolar-standart chetlashish, nisbiy xatolar-nisbiy standart chetlashish bo'lib foizlarda ifodalanadi.

2.Xatolar tarkibiy qismning haqiqiy qiymatidan yuqori yoki past bo'lishiga qarab, *musbat xato* va *manfiy xatolar*ga bo'linadi.

3.O'lchanadigan qiymat bilan xatoning bog'liqligiga ko'ra xatolar *doimiy* xatolar va *mutanosib* xatolar bo'lishi mumkin.

Doimiy xatolar o'lchanadigan qiymatga bog'liq bo'lmagan xatolardir. *Mutanosib* xatolar o'lchanadigan qiymatga mos bo'lgan xatolardir.

4.Xatolarning kelib chiqish sabablariga qarab *sistematik, tasodifiy* va *qo'pol* xatolarga bo'linadi.

5.Yuzaga kelish manbalariga ko'ra xatolar: *asbob, reaktiv, uslubiy* va *namuna olish* xatolariga bo'linadi.

Bulardan tashqari *ob'ektiv* va *sub'ektiv, chegara, yo'l qo'yiladigan, kafolatli*, har bir usulning o'ziga xos va boshqa xatolar ham uchraydi.

Tasodifiy xatolar-kelib chiqishi ma'lum bir qonuniyatga asoslanmagan, kattaligi va ishorasi noma'lum bo'lgan xatolardir. Tasodifiy xatolar analitikning o'ziga bog'liq bo'lmagan tashqi faktorlar, masalan harorat, namlikning o'zgarishi, laboratoriya havosining ifloslanishi, binolarning tebranishi, tok manbasida kuchlanishning o'zgarishi va boshqalar bilan bog'liq. Ular statistik usullar yordamida hisobga olinishi va baholanishi mumkin. U yoki bu darajada tasodifiy xatolarning oldini olish mumkin, ayniqsa qo'pol xatolarning oldini olish oson. Buning uchun analiz astoydil, diqqat bilan o'tkazilishi, eritma yoki moddalar to'kib yuborilmasligi, o'lchash natijalari aniq yozib olinishi, hisoblashlar aniq bajarilishi zarur.

Sistematik xatolar kattaligi doimiy bo'lib, ma'lum qonuniyat bo'yicha o'zgaradigan xatolardir. Sistematik xatolarning oldini olish uchun tuzatish kiritish lozim. Agar o'lchash bir tarozi (va toshlardan) yoki asbobdan foydalanib o'tkazilsa, sistematik xato yo'qoladi. Sistematik xatolarga quyidagilarni kiritish mumkin:

uslubiy (metodik) xatolar - qo'lanilayotgan analiz usuli va reaktsiyaning xususiyatlari (masalan, aniqlashga asoslangan reaktsiyaning miqdor jihatdan to'liq bormasligi ,cho'kmaning qisman erishi, cho'kma bilan begona ionlarning birgalashib cho'kishi), ayrim amallarni bajarish ketma-ketligiga qat'iy rioya qilinmasligi, amallarning aniq bajarilmasligi, cho'kmaning qizdirilganda qisman parchalanishi, erib ketishi yoki uchib ketishi, moddaning gigroskopiklik kabi xususiyatlariga bog'liq.

asboblarga bog'liq xatolar–asbobning haqiqiy qiymatidan siljishi, masalan tarozi boshlang'ich (nol) nuqtasining noto'g'riligi, toshlar massalarining nominaldan farqi singarilar tufayli paydo bo'ladi.

reaktivlarga bog'liq xatolar–tayyor yoki tayyorlangan reaktivlar kontsentratsiyalarining haqiqiy qiymatidan farq qilishi natijasida yuzaga kelishi mumkin.

Analiz natijalarini matematik statistika usullari yordamida baholash

Analizdan to'g'ri natija olish uchun bir necha parallel o'lchashlar olib boriladi. Parallel tajribalar soni qanchalik ko'p bo'lsa, analiz natijalari shunchalik aniq bo'ladi

Agar parallel o'lchashlarda olingan natijalar bir-biriga yaqin bo'lsa, natijalar qayta takrorlanuvchan bo'ladi. Qayta takrorlanuvchanlikni baholashda matematik statistika usulidan foydalaniladi. Matematik statistikada har bir olingan qiymat variant (x_i) deb yuritiladi, hisoblangan qiymatlar asosida arifmetik o'rtacha qiymat hisoblanadi:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \cdots + x_n}{n}$$

bunda n – parallel aniqlashlar soni.

$x_1, x_2, \cdots, x_i$ – alohida aniqlashlarning natijalari (variantlar).

$\bar{x}$ – barcha o'lchashlarning o'rtachasi.

Qayta takrorlanuvchanlik darajasi standart chetlanish bilan xarakterlanadi:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(\bar{x} - x_i)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i-1}^{n}(\bar{x} - x_i)^2}{f}}$$

Tenglamaning maxrajidagi $f = n - 1$ qiymat erkinlik darajasi soni deyiladi. Standart chetlashish qiymati o'rganilayotgan miqdorning o'zgaruvchanligini to'liq ifodalay olmaydi, shuning uchun ham nisbiy standart chetlashish (variatsiya koeffitsienti) hisoblanadi. Standart chetlanishning qayta takrorlanuvchanlik o'rtacha qiymatiga nisbati esa nisbiy standart chetlanishni ifodalaydi:

$$s_r = \frac{s}{\bar{x}}$$

Matematik statistika qonunlari, aniqlanayotgan komponentning haqiqiy qiymati, topilgan o'rtacha qiymatning qaysi ehtimollik chegarasida bo'lishini ko'rsatadi va quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$x = \bar{x} \pm t_{p,n} \frac{s}{\sqrt{n}}$$

bu erda $x -$ ishonchlilik chegarasi;

$t_{p,n} -$ Styudent koeffitsienti.

Styudent koeffitsienti takroriy qilingan analizlar (n) va berilgan ishonchlilik ehtimoli (p) ning funktsiyasi hisoblanadi. Styudent koeffitsienti asosida maksimal xato va ishonchlilik oralig'i hisoblanadi. Aniqlashlar soni (n) ning kamayib borishi va (p) qiymatning 1 ga yaqinlashib borishi Styudent koeffitsientining qiymatini oshishiga olib keladi. Demak ishonchlilik ehtimoli qancha katta deb olinsa, $(t_{p,n})$ qiymat kam sonli tajribalar uchun shuncha katta bo'ladi, aksincha ko'p sonli tajribalar uchun esa bu koeffitsient kichik bo'ladi. Ishonchlilik ehtimoli (p) olingan natijalarning qancha qismi Gauss egri chizig'i chegarasiga to'g'ri kelishini ko'rsatadi.

Analizda olingan natijalar muayyan ehtimol bilan normal taqsimotga mos kelishi kerak. Buni tekshirib ko'rish uchun Gauss egri chizig'idan foydalaniladi, bu egri chiziqni chizish uchun variantlar chastotasini ordinata o'qiga, ularning qiymatlari abtsissa o'qiga qo'yiladi, natijalarning Gauss egri chizig'iga mos kelishini tekshirib ko'rish uchun t taqsimotdan foydalanish qulay, f qiymat cheksizlikka intilganda taqsimot (Styudent koeffitsienti) normal taqsimotga aylanadi.

Ko'pgina analitik hisoblashlarda p qiymat 0,95 deb olinadi, ya'ni olingan natijalarning 95% qismi Gauss egri chizig'i chegarasiga tushadi, deb hisoblanadi. Demak ishonchlilik chegarasi ΔX quyidagicha $\Delta x = t_{p,n} \frac{S}{\sqrt{n}}$ bo'lsa, u holda analiz uchun olingan moddaning haqiqiy qiymati 100 ta parallel aniqlashlarning 95 tasida $\bar{x} \pm \Delta x$ oralig'iga to'g'ri keladi.

Agar olingan natijaga bo'lgan talab oshirilsa, p qiymatni 0,98, 0,99 yoki 0,999 deb olish mumkin, bunda t taqsimotning qiymati oshadi va ishonchli oraliq ham kengayadi. Ishonchli oraliq qancha keng bo'lsa, natijalar shunchalik tarqoq va ularning qayta takrorlanuvchanligi etarli emas, deb hisoblanadi.

Quyida metall ionlarining fotokolorimetrik va ekstraktsion-fotometrik analiziga oid bir nechta laboratoriya ishlari keltiriladi.

Savollar

1. Nur yutilishini o'lchaydigan asbob qanday vazifalarni bajaradi?
2. Fotoelektrokolorimetrlarning asosiy qismlari nnimalardan iborat?
3. Fotometrlarda va spektrofotometrlarda qanday nur manbalari ishlatiladi?
4. Yorug'lik nurini elektr tokiga aylanitruvchi moslama qaysi qonuniyat asosida ishlaydi?
5. Selenli fotoelementning ishlash printsipi nimadan iborat?
6. Spektrofotometrlarda qanday fotoelementlar ishlatiladi?
7. Spektrofotometrlarning fotoelektrokolorimetrlardan asosiy farqi nimadan iborat?
8. Yarim to'lqin kengligi nima?
9. Optik analiz metodining sezgirligi bilan nurning monoxromatligi orasida qanday bog'lanish mavjud?
10. Spektrofotometrlar bilan ishlashda yaqin IQ sohada qanday fotoelementdan foydalaniladi?

Asosiy adabiyotlar:

1. Zolotov Yu. A., Doroxova E. N., Fadeeva V. I. i dr. V 2 kn. Kn. 2 Osnovo' analiticheskoy ximii. M.: "Vo'sshaya shkola" 1999, S. 209-210.
2. Vasilev V. P. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2.
M.: "Vo'sshaya shkola" 1989, S. 62-65.
3. Pilipenko A. T., Pyatnitskiy I. V. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2.
M.: "Ximiya" 1990, S. 327-341.
4. Bonchev P. R. Vvedenie v analiticheskuyu ximiyu. Per. s bolg. pod red. B. I. Lobova. L.: "Ximiya" 1978, S. 379-384.
5. Fritts Dj. Shenk G. Kolichestvenno'y analiz. Per. s angl. rod red. Yu. A. Zolotova. M.: "Mir". 1978 g, S. 70-74.

NEFELOMETRIYa, TURBIDIMETRIYa. LYuMINESTsENT ANALIZ

Mavzuga oid tayanch tushuncha va iboralar: Nefelometriya, turbidimetriya, lyuminestsentsiya, fotolyuminestsentsiya, katodlyuminestsentsiya, tribolyuminestsentsiya. fluorestsentsiya, fosforestsentsiya, lyuminoforlar. Stoks-Lommel qoidasi. stoks siljishi. antistoks sohalar.

REJA

1. Nefelometriya, turbidimetriya metodlarining farqini tushunadi va asoslab beradi.
2. Lyuminestsentsiyaning mohiyati, turlarini izohlay oladi.

3. Flourestsentsiya, fosforestsentsiya hodisalarini o’rganadi.

Darsning maqsadi: Talabalarga nefelometriya, turbidimetriya metodlari, lyuminestsentsiyaning mohiyati, turlarini flourestsentsiya, fosforestsentsiya hodisalarini o’rgatishdan iborat.

Indentiv o’quv maqsadlari:

1. Lyuminestsentsiyaning hosil bo’lishi, molekulaning qo’zg’algan holatdan asosiy holatga o’tishdagi o’zgarishlarni o’rganadi
2. Flourestsentsiya, fosforestsentsiya hodisalarini tushunadi.
3. Singlet-singlet, singlet-triplet o’tishlarni izohlaydi.
4. Stoks-Lommel qoidasi. Stoks siljishi. Antistoks sohalarni asoslab bera oladi..

Nefelometriya va turbidimetriya. Nefelometrik va turbidimetrik analiz usullarini amalga oshirish uchun tekshiriladigan modda muallaq holdagi kam eriydigan birikmaga aylantiriladi. Shu muallaq zarrachalardan sochilgan nur intensivligini o’lchashga asoslangan usulga nefelometriya, muallaq zarrachalardan o’tgan nur dastasi intensivligining kamayishini o’lchashga asoslangan usul turbidimetriya deb yuritiladi.

Bu usullarda nur dastasining intensivligi o’zgarib, uning spektral xarakteristikalari o’zgarishsiz qoladi. Bu usullar faqat kam eriydigan muallaq zarrachalar (cho’kma emas) hosil bo’lgandagina qo’llaniladi. Reley qonuniga bo’ysunadi. Bunda nurni sochadigan zarrachalarning hajmi katta ahamiyatga ega. Shuning uchun ham aniqlanadigan modda va standartning muallaq zarrachalarini hosil qilish sharoiti bir xil bo’lishi kerak.

Bu usullar cho’kmaydigan muallaq zarrachalar hosil qiladigan moddalarning kam miqdorlarini aniqlash uchun qo’llaniladi. Masalan, sulfatni bariy sulfatning, xloridni kumush xloridning muallaq zarrachalari holida aniqlashni keltirish mumkin. Shuni aytish kerakki, bir xil o’lchamli zarrachalarni hosil qilish juda qiyin. Kristallarning shakli ham hamma vaqt bir xil
bo’lmaydi. Bu holatlar xatolarni keltirib chiqaradi. Shu bois, bu usullar hozirgi vaqtda juda kam qo’llaniladi.

Lyuminestsentsiyaning hosil bo’lishi va ularning sinflanishi.

Molekula tashqaridan energiya qabul qilib (masalan, foton energiyasini), qo’zg’algan holatga keladi va qabul qilgan energiyaning ortiqcha miqdori boshqa modda bilan to’qnashib, uni isitishga - ya’ni aylanma tebranma va elektron energiyasini oshirishga sarf bo’lishi mumkin.

Agar bu ortiqcha energiyaning hammasini yoki bir qismini yorug'liq energiyasi sifatida chiqarsa lyuminestsentsiya xodisasi deyiladi.

1) $M^* \rightarrow M\ Q$ issiqlik

2) $M^* \rightarrow A\ Q\ V$ fotokimyoviy reaktsiya

3) $M^* \rightarrow M\ Q\ h\nu$ lyuminestsentsiya hodisasi

Lyuminestsentsiyani "sovuq nur" deb ham ataladi

Bu hodisani akademik Vavilov S.I. quyidagicha ta'riflaydi:

"Jismning nurlanishida ortiqcha energiya nur sifatida ajralib chiqsa va uning nurlanish davri 10^{-10} sekunddan ortiq bo'lsa, lyuminestsent nurlanish deyiladi".

Zarrachalarni qo'zg'otish usuliga qarab, lyuminestsentsiya quyidagi turlarga bo'linadi:

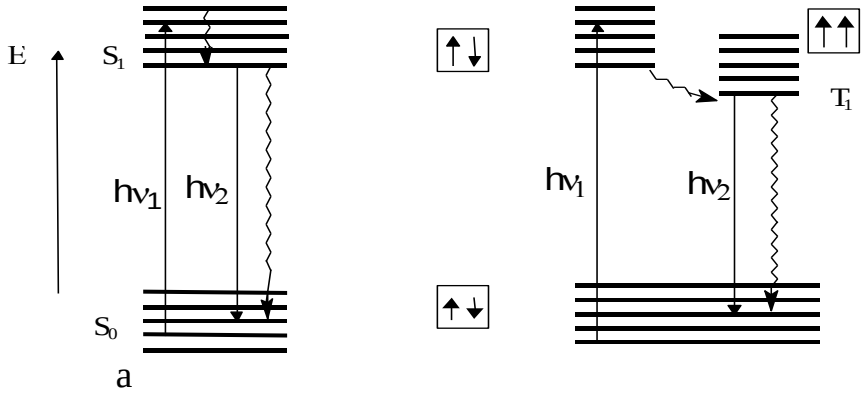
Elektromagnit nurlanish ta'sirida qo'zg'atilsa-fotolyuminestsentsiya: katod nurlari ta'sirida-katodolyuminestsentsiya, kimyoviy reaktsiyalar ta'sirida xemilyuminestsentsiya: kristallni mexanik ravishda parchalash ta'sirida qo'zg'olsa tribolyuminestsentsiya deyiladi.

Bu xildagi lyuminestsentsiyalarning ichida fotolyuminestsentsiya juda ko'p qo'llaniladi.

Lyuminestsentlanish minerallarda, ma'danlarda tabiiy holda ham (uran, aktinoidlar) uchrab turadi.

Kvant yutilishi 10^{-15} sekundda bo'ladi. So'ngra 10^{-12} sekundda elektron qo'zg'algan holatining pastki tebranish pog'anasiga [a)-kichik to'lqinsimon strelka] o'tadi.

Molekulaning S_1 qo'zg'algan holatdan S_0 turg'un holatga o'tishi 3 xil bo'lishi mumkin:



12-rasm. a) fluorestsentsiya va b) fosforestsentsiyada molekulaning o'tish sxemasi

1) Molekula boshqa zarrachalar bilan to'qnashganda o'z energiyasini issiqlik energiyasi holida chiqarishi mumkin.

Bu hol-ichki konversiya deyiladi [(a)-katta to'lqinli strelka].

2) Molekula energiyasini kvant nur holida chiqarib,asosiy holatning tebranma harakatdagi istagan pog'onasiga (elektron spini o'zgarmagan holda) qaytishi mumkin. Bunga fluorestsentsiya deyiladi.

3) Molekulaning qo'zg'algan S_1 holatidan metastabil T_1 holatga va so'ngra ichki konversiya natijasida issiqlik chiqarib yoki nur kvantini chiqarib asosiy S_0 holatga [b) katta to'lqinsimon strelka] o'tadi (fosforestsentsiya).

Nurlanish davriga qarab lyuminestsentsiya ikkiga bo'linadi:
Qo'zg'algan holatda molekula nur chiqara boshlaydi. Nur manbai o'chirilganda nurlanish ham shu zahoti to'xtasa, **fluorestsentsiya** deyiladi. Agar nur manbai o'chirilganda xam ma'lum vaqt nurlanib tursa-**fosforestsentsiya** deyiladi.

Fosforestsentsiya hodisasini molekulalarning singlet va triplet holatlari bilan tushuntirish mumkin.
Ko'pchilik molekulalarning eng turg'un holati singlet hisoblanadi-ya'ni spinlar yig'indisi nolga teng. Singlet holatda bir orbitalda joylashgan elektronlar antiparallel

Spinning o'zgarmasdan elektronlarning o'tishi singlet-singlet o'tish deyiladi.

Masalan $S_0 \rightarrow S_1$, $S_0 \rightarrow S_2$ o'tishlar nur yutish bilan beradi. $S_0 \rightarrow S_2$ o'tish esa fluorestsentsiya bo'ladi.

Triplet(T_1,T_2.....va x.k.) holatda qo'zg'algan va asosiy holatda qolgan elektronlarning spinlari parallel

Spinlar yig'indisi birga teng.

Singlet va triplet holatlar o'rtasida o'tishga, masalan $S_1 \rightarrow T_1$[rasmga qarang,(b)] misol bo'la oladi.
Bunday o'tishlar interkombinatsion konversiya, ayrim hollarda, masalan og'ir atomlarni aniqlashda (masalan galogenlarni) bo'lib qolishi mumkin.

Triplet holda molekula o'z energiyasini tez yo'qotadi. Juftlashmagan elektroni bo'lgan elementlar (masalan kislorod molekulasi bilan, boshqa molekulalar bilan to'qnashish va xokazo).
Shuning uchun fluorestsentsiyaga qaraganda fosforestsentsiya ancha kam uchraydi. Fosforestsents organik moddalarda, ayniqsa ular yaxlatilgan holda bo'lsa ko'p uchraydi.

Lyuminestlanuvchi barcha moddalar umumiy holda lyuminoforlar deb ataladi. Kimyoviy tabiatiga qarab, ular ikki sinfga bo'linadi: 1) anorganik lyuminoforlar, ko'pincha ularni sodda qilib, lyuminoforlar deyiladi.2) organik lyuminoforlar yoki organolyuminoforlar deyiladi. Organik va anorganik lyuminoforlar nurlanish tabiatiga qarab, bir-biridan farqlanadi. Organik lyuminoforlarda qo'zg'atuvchi nurni yutish va nurlanish jarayoni lyuminestlanishga qodir bo'lgan har bir molekulada bo'ladi.

Anorganik lyuminofor aktivlashtirilgan va kristall tuzilishga (struktura) ega bo'lgan moddalarda lyuminestlanish vaqtida atomlar yoki molekulalar emas, ularning kristallari ishtirok etadi. Bunday lyuminoforlar kristallofosforlar deb

ataladi. Yutilgan energiyani nur sifatida chiqarish hamma organik moddalarga xos emas, balki ularning kimyoviy strukturasiga bog'liq

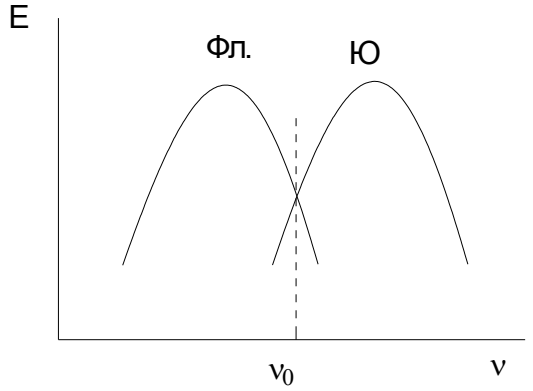
10.2.Stoks-Lommel qoidasi.

Jism tomonidan yutilgan energiyaning bir qismi issiqlik energiyasi holida chiqadi. Shuning uchun lyuminestsentsiyada chiqayotgan yorug'lik nurining kvantlari energiyasi qo'zg'atuvchi nurning kvantlari energiyasidan kam bo'ladi. Boshqacha aytganda, lyuminestsent nurlanishning to'lqin uzunligi qo'zg'atuvchi nurning to'lqin uzunligidan kam bo'ladi.

$h\nu_{yu} > h\nu_l$

Faqat spektrning bir qismi, bir-birini qoplashi bundan mustasno. Bu qoidani Stoks-Lommel topgan va quyidagicha ta'riflanadi: "lyuminestsiyaning spektri yutilish spektriga qaraganda to'lqin uzunligi katta bo'lgan tomonga siljiydi".

Yutilish spektrining maksimumi bilan fluorestsentsiya spektrining maksimumi orasidagi masofa **stoks** siljishi deyiladi. Bu masofa qanchalik katta bo'lsa, qo'zg'atuvchi nurni ajratish osonlashadi. Bir xil to'lqin uzunliklar borki, unda fluorestsentsiya kvantlari yutilgan nur energiyasidan katta bo'ladi. (antistoks hudud) (oblast) Bunga sabab shuki, modda molekulalarining bir qismi asosiy holatning tebranish pog'onalarida ham bo'lishidir.



13-rasm. Yutilish va fluorestsentsiya spektri.

Savollar

1. Lyuminestsentsiya qanday turlaga bo'linadi?
2. Stoks-Lommel qoidasining mohiyatini tushuntiring.
3. Bir xil to'lqin uzunliklarida fluorestsentsiya kvantlari yutilgan nur kvantlaridan katta bo'lishining sababi nimada?
4. Organik lyuminoforlar anorganik lyuminoforlardan qanday farq qiladi?
5. Fluorestsentsiya deb nimaga aytiladi?
6. Molekulaning qo'zg'algan holatdan asosiy holatiga qaytishi necha xil bo'ladi va bunda qanday hodisalar sodir bo'lishi mumkin?
7. Qanday lyuminoforlar kristall lyuminoforlar deyiladi?
8. Elektronlarning qanday o'tishi singlet-singlet o'tish deyiladi?
9. Fosforestsentsiya hodisasini molekulalarning qanday holatlari bilan tushuntirish mumkin?

Zarur adabiyotlar:

1. Zolotov Yu.A., Doroxova E.N., Fadeeva V.I. i dr. V 2 kn. Kn. 2 Osnovo' analiticheskoy ximii. M.: "Vo'sshaya shkola" 1999, S. 297-303.
2. Vasilev V.P. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2.M.: "Vo'sshaya shkola" 1989, S. 104-111.
3. Pilipenko A. T., Pyatnitskiy I. V. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Ximiya" 1990, S. 352-355.
4. Bonchev P.R. Vvedenie v analiticheskuyu ximiyu. Per. s bolg. pod red. B. I. Lobova. L.: "Ximiya" 1978, S. 328-339.
5. Fritts Dj. Shenk G. Kolichestvenno'y analiz. Per. s angl. rod red. Yu. A. Zolotova. M.: "Mir". 1978 g, S. 356-358.

RADIOAKTIVATsION ANALIZ USULI

Mavzuga oid tayanch tushuncha va iboralar: Aktivatsion analiz, neytron aktivatsion analiz, tezlashtirilgan neytronlar, neytronlar oqimi, yarim emirilish davri, yarim o'tkazgich, radioaktiv izotoplar.

Mavzuga oid muammolar

1.Neytron aktivatsion analiz usuli.
2. Neytron aktivatsion analiz usuliga qo'yiladigan talablar
3.Radioaktivatsion analiz va uning turli manbalardagi nodir metallarni aniqlashda qo'llanilishi

Darsning maqsadi: Radioaktivatsion analiz, neytron aktivatsion analiz usuli, ularga qo'yiladigan talablar, qo'llanilish sohalari, bu usullarning nodir metallarni aniqlashda qo'llanilishi haqida tushuncha beriladi.

Indentiv o'quv maqsadlari:

1. Radioaktivatsion analizni tushunadi;
2 Neytron aktivatsion analiz usulini izohlay oladi.
3. Radioaktivatsion analizni qo'llanilish sohalarini izoxlay oladi.

Metallar analizida asosan: 1) namuna olish usuli; 2) tortma va hajmiy analiz usullari; 3) elektrokimyoviy usullar; 4) spektral yoki optik usullar; 5) xromatografiya kabi usullar qo'llaniladi.

Tekshiriladigan namunalarni yuqori tozalik darajasi va analizni olib borish uchun taqqoslash namunasi (etalon) va standart eritmalarning zarurligi bu

usullarning kamchiligi hisoblanadi. Radioaktivatsion usul esa yuqoridagi kamchiliklardan xoli bo'lgan usuldir. Radioaktivlikning kashf qilinishi analitik kimyoda tub burilish bo'ldi. Hozirgi vaqtda analizning nishonli atomlar usuli kimyoviy reaktsiyaning mexanizmlarini o'rganishda, elementlarni kontsentrlash va ajratish jarayonlarini tekshirishda, shuningdek tibbiyot, biologiya, ekologiya, diagnostika kabi tarmoqlarda ham keng qo'llanilmoqda. Radioaktivatsion analiz usuli yarim o'tkazgichlar sohasida ham qo'llaniladi.

Bunda opto- va mikroelektronika sohasida ishlatiladigan yarim o'tkazgich materiallarning (kremniy, germaniy, galiy, tellur, kadmiy va boshqalar) yuqori darajada toza bo'lishi talab qilinadi.

Yarim o'tkazgich yasaladigan moddaning tozaligini, ya'ni uning tarkibiga aralashgan begona moddalarni topish va ularning miqdorini aniqlash maqsadida ham aktivatsion analiz qo'llaniladi. Adabiyotlarda ta'kidlanishicha geologiya, geokimyo, kosmokimyo va eng muhimi nodir elementlarga oid muammolarini hal qilishda aktivatsion analiz asosiy analitik usuldir. Shuning bilan birgalikda bu usul tibbiyot, biologiya, ekologiya, diagnostika maqsadlarida va boshqa biokimyoviy jarayonlarida ham keng qo'llanilmoqda.

Neytron-aktivatsiya usuli

1.

Aktivatsion analizni quyidagi 3 xil turga bo'lish mumkin:

1) Neytron-aktivatsiya usuli;

2) Fotoaktivatsiya usuli;

3) Zaryadlangan zarrachalar yordamidagi aktivatsion analiz. Neytronlar yordamidagi aktivatsiya rezonans, tez va sekin neytronlar (issiq neytronlar) yordamida amalga oshiriladi. Sekin va issiq neytronlar (0,02 - 0,03 ev) ko'p hollarda (n, γ) turdagi yadro reaktsiyalarini yuzaga keltiradi, buning natijasida shu elementning murakkab Y-spektrga ega bo'lgan radionuklidi hosil bo'ladi. Bu usul tekshirilayotgan namunalarni tez va sekin neytronlar, proton va α- zarrachalar, undan tashqari gamma nurlar hamda yuqori energiyali ko'p zaryadli ionlar yordamida bombardimon qilishda olgan aktivligini o'lchashga asoslangan. Agarda bombardimon qiladigan zarrachalar sifatida neytronlardan foydalanilsa, bu usulni neytron-aktivatsiya analizi usuli deb ataladi.

Namuna neytronlar oqimi yordamida nurlatilganda odatda, namuna tarkibidagi element unga kirayotgan neytronlarni o'ziga biriktirib oladi. Shunday bombardimon qilish tufayli moddada yadro reaktsiyasi yuz beradi, o'zidan γ-kvantlari yoki α- va β-zarrachalar chiqaradigan radioaktiv yadro hosil bo'ladi, ya'ni shu elementning radioaktiv izotopi hosil bo'ladi. [2]. Turli xil elementlarning yadrolari tez va sekin neytronlarni birday yutmaydi, balki yutish tezligi yadrolarning neytronlarni yutish qobiliyati, ularning aktivlanish kesimiga bog'liq bo'ladi.

Usulning afzalligi va kamchiligi

Bu usulning afzalligi yuqori sezgirligi, yarim emirilish davri juda kichik qiymatga ega bo'lgan izotoplar bilan ham ishlash imkoniyati borligi va yana yuqori avtomatlashtirilganligi sababli xizmatdagi kishilarning sog'lig'iga xavfi kamligidan iboratdir. Hozirgi vaqtda tog' jinslari tarkibidan oltinni aniqlashda yarim emirilish vaqti 2,7 kun bo'lgan ^{198}Au izotopini qo'llashga oid bo'lgan ishlar anchagina, chunki bu usulning o'ziga yarasha yutuqlari bor, lekin shu bilan birga kamchiliklardan ham holi emas. Analizda namunalar nurlantirilgandan keyin ularni saqlash muddati 5-10 kungacha uzayadi va shunga ko'ra analiz natijalari ham ma'lum bir vaqt o'tgandan keyin aniq bo'ladi [5]. ^{198}Au izotopining hosil bo'lish aktivatsiya kesimi yuqori, lekin tarkibida turli elementlari bo'lgan murakkab tarkibli namunalar uchun usulning sezgirligi yuqori emas. Analiz natijalarini yanada tezroq olish uchun olimlar oltinning qisqa vaqt yashovchi izotopi (Tq7sek.) ^{197}Au ni qo'llaganda analizning sezgirligi $2 \cdot 10^{-3}$% ni tashkil qilgan, dastlabki tekshirishlarda aniqlanishicha oltinni aniqlashda Mn (1 % gacha), Al (1,5 % gacha) kabi elementlar halal beradi.

Usulga qo'yiladigan talablar

Analizni aniq bajarish uchun bu usulga bir qancha talablar qo'yiladi, ya'ni aniqlanadigan elementlarni qisman yoki zarur bo'lganida to'liq ajratib olish uchun namunalar eritma holatiga o'tkazilgan bo'lishi kerak. β-hisoblagichlar yordamida radioaktivlikni o'lchash uchun, manba faqatgina aniqlanayotgan elementning radionuklidlaridangina iborat bo'lishi shart, ya'ni manba "radiokimyoviy toza" bo'lishi talab qilinadi.

Ajratishning ekstraktsiya, cho'ktirish, distillyatsiya va xromatografiya kabi kimyoviy usullari odatda radiokimyoviy usullar yordamida amalga oshiriladi.

Radioaktivatsion analiz va uning turli manbalardagi nodir metallarni aniqlashda qo'llanilishi

Nodir metallar analitik kimyosida metallarning yuqori yoki o'rtacha kontsentratsiyalarini va submikrogramm miqdorlarini aniqlash asosiy muammo hisoblanadi. Bunday masalalarni muvaffaqiyatli hal qilish qo'llanilayotgan usulning samaradorligi, sezgirligi va tanlovchanligiga, aniqligi hamda davomiyligiga bog'liqdir. Nodir metallar analizida asosan quyidagi usullar qo'llaniladi: 1) namuna olish usuli; 2) tortma va hajmiy analiz usullari; 3) elektrokimyoviy usullar; 4) spektral yoki optik usullar; 5) xromatografik usullar.

Oltin, kumush va platina metallari analizida qo'llaniladigan yuqorida sanab o'tilgan usullarning barchasi tekshiriladigan namunani kontsentrlashga asoslangan. Bu usullarda nodir metallarni aniqlash uchun boshqa metallardan ajratib olish, shuningdek namunani ko'p miqdorda olish talab qilinadi.

Ayniqsa, tekshiriladigan namunalarni yuqori tozalik darajasi va analizni olib borish uchun taqqoslash namunasi (etalon) va standart eritmalarning zarurligi bu usullarning kamchiligi hisoblanadi. Radioaktivatsion usul esa yuqoridagi

kamchiliklardan xoli bo'lgan usuldir. Radioaktivlikning kashf qilinishi analitik kimyoda tub burilish bo'ldi. Hozirgi vaqtda analizning nishonli atomlar usuli ximiyaviy reaktsiyaning mexanizmlarini o'rganishda, elementlarni kontsentrlash va ajratish jarayonlarini tekshirishda, shuningdek tibbiyot, biologiya, ekologiya, diagnostika kabi tarmoqlarda ham keng qo'llanilmoqda. Yarim o'tkazgichlar sohasida qo'llaniladigan birdan bir usul ham mana shu radioaktivatsion analiz usulidir.

Bunda opto- va mikroelektronika sohasida ishlatiladigan yarim o'tkazgich materiallarning (kremniy, germaniy, galiy, tellur, kadmiy va boshqalar) juda ham toza bo'lishi talab qilinadi.

Yarim o'tkazgich yasaladigan moddaning tozaligini, ya'ni uning tarkibiga aralashgan begona moddalarni topish va ularning miqdorini aniqlash maqsadida ham aktivatsion analiz qo'llaniladi. Adabiyotlarda ta'kidlanishicha geologiya, geoximiya, kosmoximiya va eng muhimi nodir elementlarga oid muammolarini hal qilishda aktivatsion analiz asosiy analitik usul bo'lib qoldi. Shuning bilan birgalikda bu usul tibbiyot, biologiya, ekologiya, diagnostika maqsadlarida va boshqa biokimyoviy jarayonlarida ham keng qo'llanilmoqda. Aktivatsion analizni quyidagi 3 xil turga bo'lish mumkin: 1) Neytron-aktivatsiya usuli; 2) Fotoaktivatsiya usuli; 3) Zaryadlangan zarrachalar yordamidagi aktivatsion analiz. Neytronlar yordamidagi aktivatsiya rezonans, tez va sekin neytronlar (issiq neytronlar) yordamida amalga oshiriladi. Sekin va issiq neytronlar (0,02 - 0,03 ev) ko'p hollarda (n, γ) turdagi yadro reaktsiyalarini yuzaga keltiradi, buning natijasida shu elementning murakkab Y-
spektrga ega bo'lgan radionuklidi hosil bo'ladi. Bu usul tekshirilayotgan namunalarni tez va sekin neytronlar, proton va α- zarrachalar, undan tashqari gamma nurlar hamda yuqori energiyali ko'p zaryadli ionlar yordamida bombardimon qilishda olgan aktivligini o'lchashga asoslangan. Agarda bombardimon qiladigan zarrachalar sifatida neytronlardan foydalanilsa, bu usulni neytron-aktivatsiya analizi usuli deb ataladi.

Namuna neytronlar oqimi yordamida nurlatilganda odatda, namuna tarkibidagi element unga kirayotgan neytronlarni o'ziga biriktirib oladi. Shunday bombardimon qilish tufayli moddada yadro reaktsiyasi yuz beradi, o'zidan γ-kvantlari yoki α- va β-zarrachalar chiqaradigan radioaktiv yadro hosil bo'ladi, ya'ni shu elementning radioaktiv izotopi hosil bo'ladi. Turli xil elementlarning yadrolari tez va sekin neytronlarni birday yutmaydi, balki yutish tezligi yadrolarning neytronlarni yutish qobiliyati, ularning aktivlanish kesimiga bog'liq bo'ladi. Har qanday radioaktiv izotop emirilish turi va nurlatilgan zarrachalar energiyasi bilan xarakterlanadi. Radioaktiv emirilishning yana bitta eng muhim xususiyati radioaktiv izotoplar aktivligining vaqtga bog'liq bo'lishidir. Radioaktiv atomlar sonining vaqtga bog'liq ravishda o'zgarishi quyidagicha ifodalanadi: N_t q $N_0 e^{-\lambda \cdot t}$

Bu erda N_0 - radioaktiv atomlarning dastlabki soni;

N_t - t vaqt o'tgandan keyingi radioktiv atomlar soni;

λ - emirilish doimiysi;

e - natural logarifmlar asosi.

Yarim emirilish davri (T) va emirilish doimiysi o'zaro quyidagicha bog'langan:

λ q 0, 693 G' T

Ko'p hollarda emirilish doimiysidan ko'ra yarim emirilish davrini qo'llash qulay. Shuning uchun radioaktiv atomlar sonining vaqtga qarab o'zgarishini quyidagicha ifodalanadi:

N_t q N_0 $e^{-(0,693G'T)}$

Yarim emirilish davri har xil radioaktiv izotoplar uchun turlicha qiymatga ega. Nurlangan namunaning olgan aktivligini quyidagi (2) tenglama yordamida hisoblanadi [103]:

$$A_o = \frac{6,02 \cdot 10^{23} \cdot m \cdot f \cdot \sigma \cdot \Theta}{M} (1 - e \frac{-(0,693)}{T_{1/2}}); \quad (2)$$

Bu erda A_0- namunaning olgan aktivligi;

m- tekshirilayotgan elementning og'irligi, g

f- neytronlar oqimi, neytrG'(sm^2·sek);

Θ- aktivlangan izotopning tabiiy izotoplar

Aralashmasidagi ulushi, %;

σ-aktivatsiya kesimi, sm^2 ;

M- aniqlanayotgan elementning atom og'irligi;

$T_{1G'2}$-hosil bo'layotgan radioizotopning yarim emirilish davri, sek;

t-nurlantirish vaqti, sek;

Absolyut usul bilan analiz qilishda reaktsiyaning aktivlanish kesimi, nurlatish va sovitish vaqti, neytronlarning oqimi va energetik spektri etarli darajada aniqlik bilan olinishi talab qilinadi. Bundan tashqari o'lchash geometriyasi, o'lchash asboblarining registratsiya effektivligi aniq bo'lishi shart. Ko'rsatilgan parametrlarni aniqlashdagi xatolik analiz natijalariga ta'sir ko'rsatadi. Nisbiy, ya'ni solishtirish usulida tekshirilayotgan namuna bilan aniqlanayotgan elementning miqdori aniq bo'lgan taqqoslash namunasi birgalikda nurlantiriladi. So'ngra taqqoslash namunasi va tekshirilayotgan namunaning aktivligi bir xil sharoitda o'lchanadi. Aniqlanayotgan elementning miqdori esa (m_x) quyidagi tenglama yordamida hisoblanadi.

m_x G' m_{et} q A_x G' A_{et}

bunda m_x va m_{et}-elementning namunadagi va etalondagi miqdori;

A_x va A_{et}-tegishli aktivliklar.

Bu usulda vaqt o'tishi bilan bombardimon qiluvchi zarrachalar oqimining energiyasi va intensivligining o'zgarib turishi natijasida kelib chiqadigan xatolar tajriba natijalariga ta'sir qilmaydi. Shuningdek aktivlanish kesimi, emirilish tezligi va boshqa faktorlarning qiymatlarida absolyut usuldagidek aniqlik talab qilinmaydi, bu esa analizni osonlashtiradi va uning aniqligini yanada oshiradi.

Energiyasi 1 mev dan yuqori bo'lgan tez neytronlar yordamida boshqa turdagi yadro reaktsiyalari sodir bo'ladi, masalan (n,n´), (n,p), (n,d), (n,α) kabi

reaktsiyalar yordamida o'tkaziladigan tahlillar 3 xil usulda bajarilishi mumkin, ular:- radiokimyoviy; instrumental va nurlantirishdan oldin kontsentrlash usullaridir. Radiokimyoviy usul namunani parchalamasdan uning tarkibidagi elementni aniqlash usuli bo'lib, radioaktiv izotopning bir necha o'ziga xos parametrlariga asoslanadi, bular radioaktiv emirilish turi, nurlanish energiyasi va yarim emirilish davridir. Shuningdek, instrumental usulda sanab o'tilgan parametrlardan tashqari turli xildagi (β,γ) va bir xildagi (γ,γ) nurlanishlar orasidagi vaqtinchalik bog'lanishdan xam foydalaniladi va aynan shu bog'liqlik radioaktiv elementlarni ajratib aniqlashda qo'shimcha imkoniyat yaratadi. Aktivatsion analizda elementlarni aniqlashning tanlanuvchanligini oshirish uchun analiz qilinayotgan namunaning nurlantirish vaqtini hisobga olish zarur. Qotishmalar, kontsentratlar va rudalar analizida aktivatsion analizning gamma-spektrometrik varianti qo'llaniladi. Analiz qisqa vaqt yashovchi izotoplar ustida olib borilsa, ko'pincha, tezkor va issiqlik neytronlaridan foydalaniladi. Yarim o'tkazgichlar, metall va uning birikmalarining qisqa vaqt yashovchi izotoplari analizi instrumental neytron-aktivatsion analiz usuli yordamida amalga oshiriladi. Bu usulning afzalligi yuqori sezgirligi, yarim emirilish davri juda kichik qiymatga ega bo'lgan izotoplar bilan ham ishlash imkoniyati borligi va yana yuqori avtomatlashtirilganligi sababli xizmatdagi kishilarning sog'lig'iga xavfi kamligidan iboratdir. Hozirgi vaqtda tog' jinslari tarkibidan oltinni aniqlashda yarim emirilish vaqti 2,7 kun bo'lgan ^{198}Au izotopini qo'llashga oid bo'lgan ishlar anchagina, chunki bu usulning o'ziga yarasha yutuqlari bor, lekin shu bilan birga kamchiliklardan ham xoli emas. Analizda namunalar nurlantirilgandan keyin ularni saqlash muddati 5-10 kungacha uzayadi va shunga ko'ra analiz natijalari ham ma'lum bir vaqt o'tgandan keyin aniq bo'ladi. ^{198}Au izotopining hosil bo'lish aktivatsiya kesimi yuqori, lekin tarkibida turli elementlari bo'lgan murakkab tarkibli namunalar uchun usulning sezgirligi yuqori emas. Analiz natijalarini yanada tezroq olish uchun olimlar oltinning qisqa vaqt yashovchi izotopi (Tq7sek.) ^{197}Au ni qo'llaganda analizning sezgirligi $2 \cdot 10^{-3}$% ni tashkil qilgan, dastlabki tekshirishlarda aniqlanishicha oltinni aniqlashda Mn (1 % gacha), Al (1,5 % gacha) kabi elementlar halal beradi. Biogeokimyoviy namunalar shu usulda analiz qilinganda, analiz uchun 1-2 daqiqa (min.) vaqt sarf bo'lgan. Instrumental neytron-aktivatsiya usulida qisqa vaqt yashovchi izotoplar bilan birga uzoq vaqt yashaydigan element izotoplari ham qo'llaniladi. Uzoq vaqt yashaydigan izotoplar ustida olib borilgan tadqiqotlarda tekshirilayotgan namuna va standart etalonlar guruh-guruh qilib nurlantiriladi va shundan so'ng ularning gamma nurlanish spektrlari o'rganiladi. Adabiyotlarda ta'kidlanishicha olimlar meteoritlardan rodiyni aniqlash uchun, qisqa vaqt yashovchi, yarim emirilish davri T_1 q 44 sek. bo'lgan rodiy-104 izotopidan foydalanishgan. Bunda namunalar 42 sekund davomida, reaktor yo'lida 10^{14} neytrG'sm^2. sek. li neytronlar oqimida nurlatilgan. Usulning afzalligi shundaki, analiz uchun qisqa vaqt sarflanadi, chunki nurlanish tugallanib, o'lchash boshlanishi oralig'idagi vaqt 19-54 sekundni

tashkil qiladi. Shu bilan birga analiz qilinadigan namunaga dastlabki ishlov berish talab qilinmaydi, tejamli va analiz natijalarini tez olish imkonini beradi .

Analizni aniq bajarish uchun bu usulga bir qancha talablar qo'yiladi, ya'ni aniqlanadigan elementlarni qisman yoki zarur bo'lganida to'liq ajratib olish uchun namunalar eritma holatiga o'tkazilgan bo'lishi kerak. β-hisoblagichlar yordamida radioaktivlikni o'lchash uchun, manba faqatgina aniqlanayotgan elementning radionuklidlaridangina iborat bo'lishi shart, ya'ni manba "radiokimyoviy toza" bo'lishi talab qilinadi.

Ajratishning ekstraktsiya, cho'ktirish, distillyatsiya va xromatografiya kabi kimyoviy usullari odatda radiokimyoviy usullar yordamida amalga oshiriladi .

Muxokama uchun savollar

1. Radioaktivatsion usullarini bilasizmi?
2. Neytron aktivatsion usulini tushuntirib bering.
3. Neytron aktivatsion usulda darajalangan grafikdan foydalanadimi? Javobingizni asoslang.

Zarur adabiyotlar:

1. Zolotov Yu. A., Doroxova E. N., Fadeeva V. I. i dr. V 2 kn. Kn. 2 Osnovo' analiticheskoy ximii. M.: "Vo'sshaya shkola" 1999, S. 268-270.
2. Vasilev V. P. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Vo'sshaya shkola" 1989, S. 66-79.
3. Pilipenko A. T., Pyatnitskiy I. V. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Ximiya" 1990, S. 341-346.
4. Bonchev P. R. Vvedenie v analiticheskuyu ximiyu. Per. s bolg. pod red. B. I. Lobova. L.: "Ximiya" 1978, S. 364-367.
5. Fritts Dj. Shenk G. Kolichestvenno'y analiz. Per. s angl. rod red. Yu. A. Zolotova. M.: "Mir". 1978 g, S. 74-78.

MODDALAR KONTsENTRATsIYaLARINI ANIQLASh METODLARI

Mavzuga oid tayanch tushuncha va iboralar: Solishtirma metod, alikvot qism, standart eritma, qo’shilmalar.darajalangan grafik, qo’shimcha qo’shish.

Mavzuga oid muammolar

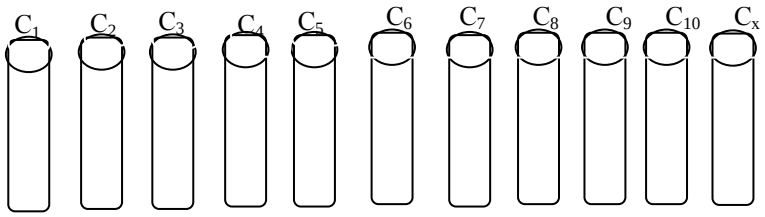
1.Eritmada modda kontsentratsiyasini aniqlash usullari.
2.Solishtirma metod.
3.Darajalangan grafik metodi.
4.Qo’shimcha qo’shish metodi.
5.Molyar so’ndirish koeffitsientidan kontsentratsiyani aniqlash metodlari, ularning mohiyati va bu metodlarning aniqlik darajasi, qo’llanilish sohalari.

Darsning maqsadi: Eritmada modda kontsentratsiyasini aniqlash usullari, solishtirma metod, darajalangan grafik metodi va qo’shimcha qo’shish metodlari haqida tushuncha beriladi.

Indentiv o’quv maqsadlari:

1.Solishtirma metodni asoslay oladi.
2.Darajalangan grafik metodini izohlay oladi.
3.Qo’shimcha qo’shish metodi va molyar so’ndirish koeffitsientidan moddalar kontsentratsiyasini aniqlashni tushunadi.

Bu metod bo’yicha analiz qilinadigan modda eritmasi rangining intensivligi bir necha etalon eritmalar rang intensivliklari bilan taqqoslanadi va natijada analiz qilinadigan modda kontsentratsiyasi aniqlanadi. Buning uchun bir xil kolorimetrik probirkalarga (bu probirkalar diametrlari ham bir xil) aniqlanadigan moddaning kontsentratsiyasi ma’lum bo’lgan bir necha rangli eritmalari tayyorlanadi.Xuddi shunday usulda va sharoitda analiz qilinadigan modda rangli birikmaga aylantiriladi. Analiz qilinadigan eritma va standart eritmalar rang intensivliklari vizual shaklda taqqoslanadi va kontsentratsiyasi aniqlanadi. Bunda sub’ektiv xatoliklarga yo’l qo’yilishi mumkin. Bu usul dala sharoitlarida qo’llaniladi.



Bu metodni Buger-Lambert-Ber qonuniga qat’iy amal qilinmaydigan hollarda ham qo’llash mumkin.

Solishtirma metod.

Analiz qilinayotgan eritmadan alikvot qism olib, undan rangli eritmalar tayyorlanadi va ularning optik zichliklari o’lchanadi. So’ngra shunday sharoitda kontsentratsiyasi aniq ma’lum bo’lgan 3-4 fotometrik eritma tayyorlanadi va ularning ham optik zichliklari o’lchanadi

Standart va tekshirilayotgan eritmaning optik zichliklarini o’zaro solishtirib, noma’lum moddaning miqdorini topiladi. Xatolik kamroq bo’lishi uchun solishtirilayotgan eritmalarining kontsentratsiyalari bir-biriga yaqinroq bo’lishi kerak.

O’lchangan optik zichliklar no’malum modda uchun $A_x=E_\lambda S_x I_x$ va standart solishtirma eritmalarda $A_{st}=\varepsilon\ \lambda S_{st} I_{st}$..bo’ladi. Tenlamalarni birinchi ikkinchisiga bo’lsak va ularda optik zichlik(E) va nur yutilish qalinligi (I) bir xil ekanini hisobga olsak:

$A_x/A_{st} = S_x/S_{st}$ va bundan $S_x = S_{st}\ A_x/A_{st}$

S_x ning kontsentratsiyasini hisoblab (mgG’ml) chiqib, eritmaning suyultirilganini hisobga olib, noma’lum modda (q_x,mg)ning umumiy miqdori topiladi.

$q_x = C_x\ V_x\ V_{um}/V_1$

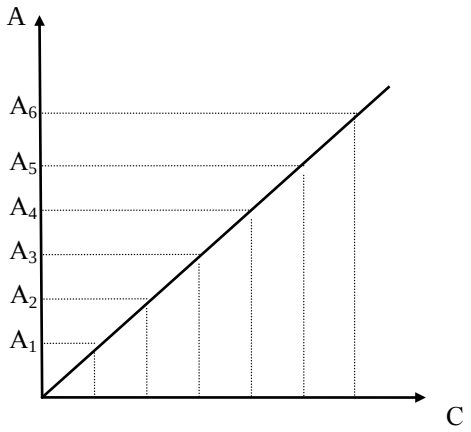
Bunda V_x- rangli eritmaning hajmi, ml

V_1 - alikvot qismi hajmi, ml.

V_{um}- tekshirilayotgan eritmaning umumiy hajmi.

Darajalangan grafik metodi.

Bu metodda kontsentratsiyasi ortib boradigan, 5-8 standart eritmada tayyorlanadi. Xarbir nuqtaning optik zichligini o’lchash uchun kamida 3 ta parallel eritma tayyorlanadi. Eritmalarning optik zichliklari o’lchanib, “darajalangan grafik” deb ataladigan grafik tuziladi.



10-расм. Даражаланган график

Mumkin qadar aniqlanayotgan eritmaning optik zichligi grafikning o’rtasiga tushgani ma’qul.

Hosil bo’lgan rangli eritmalarning optik zichliklari rangli, yorug’lik filtrlari va ma’lum qalinlikdagi kyuveta yordamida KFK-2 yoki KFK-3 asbobida suvga nisbatan o’lchanadi.

O’lchash va hisoblash natijalari

№	Standart eritma V, ml	C_iMe, mg	Eritma optik zichligi, A_i	$C_i\ A_i$	C_i^2	A hisoblangan
1.	1,5	0,03				
2.	3,0	0,05				

3.	4,5	0,09				
4.	6,0	0,12				
5.	7,5	0,15				

$\sum_{i=1}^{5}$

Olingan natijalar bo'yicha darajalangan grafik tuziladi. Bunda masshtabni shunday tanlash kerakki, grafik $15 \times 15 см$ li millimetrli qog'ozga joylashsin.

K koeffitsentni hisoblash; 1-usul: $K = \dfrac{\sum_{i=1}^{5} C_i A_i}{\sum_{i=1}^{5} C_i^{\,2}}$

2-usul (grafikdan aniqlanadi) da: $tg\alpha = \dfrac{a}{b}$; $\xi = \dfrac{ordinata}{abcica}$; $K = tg\alpha \cdot \xi$

Noma'lum modda miqdorini aniqlash uchun kontrol eritma (eritma o'qituvchi tomonidan beriladi!) solingan kolbaning chizig'igacha distillangan suv quyib aralashtiriladi. So'ngra undan 50 ml hajmli uchta kolbaga bir xil alikvot qismlar olinadi (qancha alikvot qism olish kerakligini o'qituvchi aytadi Kolbalarni chizig'igacha distillangan suv solinib aralashtiriladi va rangli eritmalarning suvga nisbatan optik zichliklari o'lchanadi. Noma'lum modda miqdori quyidagi tenglama bo'yicha aniqlanadi: $C_x = \dfrac{A_x}{K}$

A_x-kontrol eritma optik zichligi;

K-koeffitsent

$S_{x(ml)}$ - alikvot qism (ml)

X_{ml} - 100 ml

$$X_{мг} = \frac{C_x \cdot 100 мл}{аликвот(мл)} = ...мг$$

X_{mg} – kontrol eritmadagi Me^{n+} ionining miqdori

So'ngra aniqlash davomidagi absolyut va nisbiy xatolar hisoblanadi.

Eritmaning optik zichligi A_x ni ordinata o'qidan, S_x ni esa abstsissa o'qidan topib, eritmadagi modda miqdori (mg)ni $q_x = S_x V_{um} : V_1$ formula bilan hisoblanadi.

Qo'shilmalar metodi.

Tarkibi murakkab bo'lgan eritmalarni analiz qilishda qo'shilmalar metodi ishlatiladi. Uning mohiyati quyidagicha:

Avval kontsentratsiyasi noma'lum bo'lgan (S_x),aniqlanayotgan eritmaning optik zichligi (A_x) o'lchab olinadi. So'ngra uning eritmasiga aniqlanayotgan moddaning aniq o'lchangan miqdori (S_{st}) ni solib, yana optik zichligi (A_{x+st}) o'lchanadi.

A_x ning optik zichligi $A_x = \varepsilon \ell C_x$,

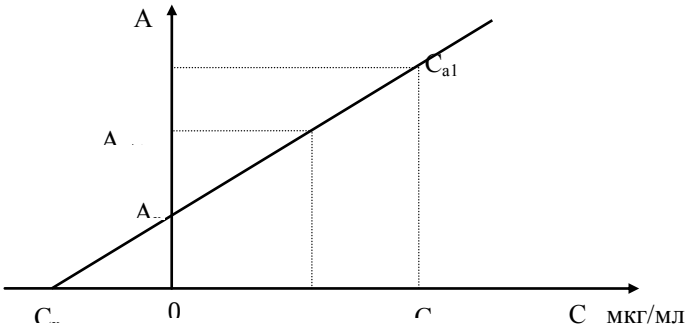
Modda ko'shilgani esa $A_{x+st} = \varepsilon \ell (S_x + S_{st})$

Tenglamalarning nisbatini olsak

$$\frac{A_x}{A_{x+ст}} = \frac{C_x}{C_{x+ст}} \quad \text{бундан} \quad C_x = C_{ст} \cdot \frac{A_x}{A_{x+ст} - A_x}$$

Qo'shilmalar metodidan grafik shaklda ham foydalanish mumkin. Bu vaqtda abstsissa o'qiga qo'shiladigan standart eritma miqdori qo'yiladi, ordinata o'qiga A_x va A_1 (bunda A_x- aniqlanayotgan moddaning optik zichligi, A_1 esa - aniqlanayotgan modda bilan qo'shilmaning birgalikdagi optik zichligi) qiymatlari qo'yiladi va nuqtalarni birlashtirib, abstsissa o'qi bilan kesishguncha davom etdiriladi. Nuqtalarning kesishgan joyi, aniqlanayotgan kontsentratsiyani (S_x) ko'rsatadi. Hosil bo'lgan kesimta aniqlanayotgan kontsentratsiyani ko'rsatadi.

Xatolik katta bo'lmasligi uchun odatda 2 nuqtadan to'g'ri chiziq o'tkazilmaydi.



11-rasm. Qo'shilmalar metodi.

Shuning uchun yana bir eritma A_2 tayyorlab, uning optik zichligi o'lchanadi va to'g'ri chiziq 3 nuqtadan o'tkaziladi. Qo'shilmalar miqdorini Qo'shilma aniqlanayotgan eritmaning kontsentratsiyasiga yaqinroq bo'lib, ikkinchi qo'shilma birinchiga qaraganda 2 marta ortiq bo'lsa, yaxshi natija olinadi.

Molyar so'ndirish koeffitsientidan kontsentratsiyani aniqlash.

Eritmaning molyar so'ndirish koeffitsentidan aniqlash uchun birnecha standart eritmalar tayyorlanib, ularning optik zichliklari (A_{st}) o'lchanadi. Har qaysi eritma uchun $E = A_{ct}G'\ell_{ct}S_{st}$ o'lchanadi va ularning o'rtacha qiymati topiladi.

Shundan keyin analiz qilinayotgan eritmaning optik zichligi A_x o'lchanib, ε ni hisoblab $S_x = A_x/\varepsilon\ell_x$ va aniqlanayotgan modda (q_x,mg)topiladi:

$q_x = C_xV_xV_{um}M : V_1$

Metod Ber qonuniga albatta bo'ysunishi kerak.

ANALITIK KIMYoNING FIZIK –KIMYoVIY USULLARIDAN LABORATORIYa MAShG'ULOTLARI

1-laboratoriya ishi
Kislotali muhitda Fe^{3+} ionini sulfosalitsil kislota bilan hosil qilgan kompleksi holida fotometrik aniqlash

Usulning mohiyati: Bu usul rN 8,0-11,5 bo'lganda Fe^{3+} ning sariq rangli ($\lambda_{мак} = 416 нм,\ \varepsilon = 5800,\ \beta_3 = 1{,}25 \cdot 10^{33}$) $Fe = (SSal)_3^{6-}$ trisulfosalitsilat kompleksining hosil bo'lishiga asoslangan.

Kerakli asboblar, idishlar va reagentlar:

1. Fotokolorimetr KFK, KFK-2, KFK-3
2. 6 ta 100 ml hajmli o'lchov kolbalari;
3. 1 ta 10 ml hajmli mikropipetka;
4. 1 ta 10-25 ml hajmli o'lchov tsilindri;
5. Sulfosalitsil kislotaning 10% li eritmasi;
6. 10% li ammiak eritmasi va 2 n li H_2SO_4 eritmasi;

8. Fe^{3+} ning 0,6 mgG'ml li standart eritmasi. (eritmani tayyorlash uchun $(NH_4)Fe_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$ (x.t.) (kvasts) dan 0,5190 g olib suvda eritiladi va unga 10 ml (1:1) sulfat kislota eritmasidan qo'shib, eritmaning umumiy hajmi 1 litr bo'lguncha kolbaning chizig'iga qadar suv quyib aralashtiriladi).

Darajali grafik usulida ishni bajarish tartibi:

100 ml li o'lchov kolbasiga 20 ml 0,1 $мг/мл$ li Fe^{3+} ionining standart tuzi eritmasidan pipetka yoki byuretka yordamida olinadi va chizig'igacha suyultiriladi. Bunda titri 0,02 $мг/мл$ Fe^{3+} ionining standart tuzi eritmasi hosil bo'ladi. 50 ml li o'lchov kolbalariga pipetka yordamida 1,5; 3,0; 4,5; 6,0; 7,5 ml Fe^{3+} ning standart eritmasi (0,02 $мг/мл$) dan olinadi. Kolbalarga 1 ml dan N_2SO_4 va 5 ml dan 10% li sulfosalitsil kislotasi solinadi, so'ngra chizig'igacha distillangan suv quyib yaxshilab aralashtiriladi. Hosil bo'lgan rangli eritmalarning optik zichliklari yashil rangli, yorug'lik filtri ($\lambda = 510 нм$) va qalinligi $1 = 5{,}0 см$ bo'lgan kyuveta yordamida KFK-2 yoki KFK-3 asbobida suvga nisbatan o'lchanadi.

Olingan natijalar bo'yicha darajalangan grafik tuziladi. Bunda masshtabni shunday tanlash kerakki, grafik $15 \times 15 см$ li millimetrli qog'ozga joylashsin.

K koeffitsentni hisoblash; 1-usul: $K = \dfrac{\sum_{i=1}^{5} C_i A_i}{\sum_{i=1}^{5} C_i^{\,2}}$

O'lchash va hisoblash natijalari

№	Standart eritma V, ml	C_iFe, mg	Eritma optik zichligi, A_i	C_i A_i	C_i^2	A hisoblangan
1.	1,5	0,03				
2.	3,0	0,05				
3.	4,5	0,09				
4.	6,0	0,12				
5.	7,5	0,15				
$\sum_{i=1}^{5}$						

2-usul (grafikdan aniqlanadi) da: $tg\alpha = \dfrac{a}{b}$; $\xi = \dfrac{ordinata}{abcica}$; $K = tg\alpha \cdot \xi$

Noma'lum modda miqdorini aniqlash uchun kontrol eritma (eritma o'qituvchi tomonidan beriladi!) solingan kolbaning chizig'igacha distillangan suv quyib

aralashtiriladi. So'ngra undan 50 ml hajmli uchta kolbaga bir xil alikvot qismlar olinadi (qancha alikvot qism olish kerakligini o'qituvchi aytadi), va har birining ustiga 1,0 ml 2 n N_2SO_4; 5,0 ml 10% li sulfosalitsil kislota qo'shiladi. Kolbalarni izig'igacha distillangan suv solinib aralashtiriladi va rangli eritmalarning suvga nisbatan optik zichliklari o'lchanadi. Noma'lum modda miqdori quyidagi tenglama bo'yicha aniqlanadi: $C_x = \frac{A_x}{K}$

A_x-kontrol eritma optik zichligi;

K-koeffitsent

$S_{x(ml)}$ - alikvot qism (ml)

X_{ml} - 100 ml

$$X_{мг} = \frac{C_x \cdot 100мл}{аликвот(мл)} = ...мг$$

X_{mg} – kontrol eritmadagi Fe^{3+} ionining miqdori

(Fe^{3+} ionining haqiqiy miqdori). So'ngra aniqlash davomidagi absolyut va nisbiy xatolar hisoblanadi.

2-laboratoriya ishi

Fe^{3+} ionini ammoniy rodanid bilan darajalangan grafik usulida fotometrik aniqlash.

Ish mazmuni: Optik zichlikning o'lchangan qiymati bilan eritmadagi komponent kontsentratsiyasini standart eritmalar seriyalari bo'yicha tuzilgan darajalangan grafik yordamida fotokolorimetrik aniqlash.

Usulning mohiyati: Bu usul Fe^{3+} ioni rodanid ioni bilan kontsentratsiyaga bog'liq ravishda eritma rangining intensivligi har xil bo'lgan qizil rangli kompleks ioni hosil bo'lishiga asoslangan.

$$Fe^{3+} + nNCS^- \rightarrow Fe(NCS)_n^{(3-n)}$$

bu erda n- temir-rodanid holida bog'langan rodanid ionlari soni.

Eritmaning qizil rangi barqaror emas, chunki Fe^{3+} ioni rodanid ioni yordamida qaytarilishi mumkin, bu jarayon ayniqsa, ba'zi bir katalizatorlar ishtirokida tezlashadi.

Shuning uchun ham eritma tayyorlangan vaqtda tezlik bilan analiz qilish talab etiladi.

Kompleks birikma to'lqin uzunligi $\lambda = 400 - 450 нм$ bo'lgan nurni maksimal yutish qobiliyatiga ega.

Kerakli asboblar, idishlar va reagentlar:

1. Fotokolorimetr KFK-2, KFK-3;
2. Ettita 50 ml hajmli va bitta 1000 ml hajmli o'lchov kolbalari;
3. 1,0 ml va 10 ml hajmdagi pipetkalar;
4. $Fe(III)$ tuzining standart eritmasi; (Eritmani tayyorlash uchun massasi 0,864 g bo'lgan (k.t) temir-ammoniyli achchiq toshni suvda eritib, ustiga 5,0 ml sulfat ($d = 1{,}84 г/см^3$) kislota solinadi va eritmaning umumiy hajmi 1,0 l ga etguncha distillangan suv quyib aralashtiriladi. Hosil bo'lgan eritmaning 1,0 millilitrida 0,1 mg temir bo'ladi).
5. Nitrat kislota (1:1);
6. Ammoniy rodanid (yoki kaliy rodanid)ning 10% li eritmasi.

Darajalangan grafik usuli bo'yicha analizning bajarilish tartibi: 50 ml li o'lchov kolbalariga pipetka yordamida 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 ml Fe^{3+} standart eritmasidan olinadi. Kolbalarning har biriga 1,0 ml dan nitrat kislota, 5,0 ml dan ammoniy yoki kaliy rodanid eritmasi qo'shiladi va chizig'igacha distillangan suv quyib yaxshilab aralashtiriladi. So'ngra tayyorlangan rangli eritmalarning optik zichliklari ko'k rangli svetofiltr va qalinligi 1,0 sm bo'lgan kyuveta yordamida suvga nisbatan o'lchanadi.

Eritma rangining tezda o'zgarishini hisobga olib, ammoniy rodanid analiz o'tkazilayotgan vaqtda qo'shiladi va shu tariqa har bir eritmaning optik zichligi 4-5 marta o'lchanadi.

So'ngra har bir tayyorlangan eritma uchun optik zichlikning o'rtacha qiymati olinadi va u bo'yicha darajalangan grafik chiziladi. Tekshiriladigan eritmani (tarkibida 0,05-0,5 mg temir bo'lgan) 50 ml hajmli kolbaga solib, ustiga 1,0 ml NNO_3, 5,0 ml ammoniy (yoki kaliy) rodanid qo'shib, kolbani chizig'igacha distillangan suv qo'shib, yaxshilab aralashtiriladi. Tezda ko'k rangli svetofiltr (400-480 nm uzunlikda nurni eng yuqori darajada o'tkazadi) va qalinligi 1,0 sm bo'lgan kyuveta yordamida suvga nisbatan optik zichliklari 4-5 marta o'lchanadi.

To'g'ri darajalangan grafikning parametrlarini bilgan holda har bir eritmaning optik zichligi (A) uchun C_{X_i} quyidagi formulaga muvofiq $C_{X_i} = \frac{A_{X_i} - a}{b}$ hisoblanadi.

So'ngra $C_{X_1}, C_{X_2}, C_{X_3}, C_{X_i}, \ldots\ldots C_{X_n}$ aniqlangach o'rtacha $\bar{C}_X$ qiymat topiladi, undan $C_X = \bar{C}_X \pm \varepsilon_\alpha$ hisoblab topiladi (bu erda ε_α -ishonchlilik chegarasi).

3- laboratoriya ishi
Fe^{2+} ionini ortofenantrolin yordamida fotometrik aniqlash

Ushbu analiz Fe^{2+} ionining o-fenantrolin bilan kompleks ion hosil bo'lishiga asoslangan. Tekshiriladigan va rangli standart rangli eritmalarning optik zichliklari nolinchi eritmaga nisbatan ko'k rangli svetofiltrda o'lchanadi. Tekshiriladigan eritmadagi temir ionining no'malum S_x kontsentratsiyasi quyidagi formula yordamida solishtirish usuli bilan topiladi:

$$C_x = C_{ct}\frac{A_x}{A_{ct}} \quad \text{yoki} \quad C_x = C_1\frac{C_2 - C_1}{A_2 - A_1}(A_x - A_1)$$

S_x- tekshiriladigan eritmadagi Fe^{2+} ning kontsentratsiyasi, mg

S_I- va S_2-birinchi va ikkinchi standart eritmadagi temirning ma'lum kontsentratsiyasi:

A_1 va A_2-shu eritmalarning optik zichliklari. (bunda $S_1<C_x< C_2$ va $A_1<A_x<A_2$)

Erimadagi temirning kontsentratsiyasi 2-40 *мкг/мл* oralig'ida saqlansa, eritma kontsentratsiyasi va optik zichligi o'rtasida to'g'ri chiziqli bog'lanish hosil bo'ladi.

Ishning bajarilishi (taqqoslash usuli bo'yicha):

25 ml hajmli o'lchov kolbasiga pipetka yordamida tarkibida 0,05-1,00 mg temir bo'lgan eritmadan 20 ml olinadi, ustiga gidroksilaminning xlorid kislotadagi 10% li eritmasidan 0,5 ml qo'shiladi. Boshqa kolbada universal indikator qog'ozi yordamida 20 ml tekshirilayotgan eritmaning rN i 4-6 bo'lishi uchun kerak bo'lgan natriy atsetatning hajmini o'lchab analiz qilinadigan eritma ustiga qo'shiladi va uning ustiga 1 ml 0,5 % li ortofenantrolin qo'shib kolbaning chizig'igacha distillangan suv bilan suyultiriladi. 10 minut vaqt o'tgach eritmaning optik zichligi o'lchanadi. O'lchash uchun ko'k rangli (nur o'tkazishi 416 nm ga teng) svetofiltr va qalinligi 5 sm bo'lgan kyuveta kerak.

Bir vaqtning o'zida hajmi 25 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga 2 ta standart eritma tayyorlanadi.

Standart eritmalar shunday tayyorlanadiki, ulardan birining optik zichligi analiz qilinadigan eritmaning optik zichligidan kichikroq, ikkinchi standart eritmaning optik zichligi esa aksincha kattaroq bo'lishi kerak.

Izoh: Alyuminiy va misning xlorid va sulfatlari 10 *мг/л* kontsentratsiyagacha temirni aniqlashga halaqt bermaydi.

Kerakli asboblar va reaktivlar:

1. Fotokolorimetr KFK-2, KFK-3;
2. 3 ta 25 ml hajmli o'lchov kolbalari;
3. 20 ml hajmli pipetka;
4. 5 ml hajmli o'lchov tsilindri;
5. Gidroksilaminning xlorid kislotadagi 10% li eritmasi:
6. Natriy atsetatning 0,2 M li eritmasi;
7. 0,5% li o-fenantrolin monogridratining eritmasi (suvda qizdirish bilan eritiladi);
8. Fe^{2+} ning 0,1 *мг/мл* standart eritmasi (k.t).

4- laboratoriya ishi
Cu^{2+} ioni mikromiqdorini ekstraktsion - fotometrik usulda qo'rg'oshin dietilditiokarbaminat yordamida aniqlash

Usulning mohiyati: Bu usul Cu^{2+} ioni qo'rg'oshin ionini uning dietilditiokarbaminatli kompleksidan siqib chiqarishiga asoslangan:

$$Pb(DDK)_2 + Cu^{2+} \leftrightarrow Cu(DDK)_2 + Pb^{2+}$$

$$\ell gK_{экс}(Cu) = 13{,}70$$

$$\ell gK_{экс}(Pb) = 7{,}77$$

Bunda Cu^{2+} ionini xloroformli eritmadan qo'rg'oshin dietilditiokarbaminat–Pb(DDK)$_2$ bilan ta'sir reaktsiyasi natijasida hosil bo'lgan sarg'ish jigarrang kompleks birikma holida fotometrik aniqlanadi.

Kerakli asboblar, idish va reaktivlar:

1. Fotokolorimetr KFK-2, KFK-3;
2. 6 ta 50 ml hajmli va bita 25 ml hajmli o'lchov kolbalari;
3. Hajmi 50-100 ml bo'lgan ajratgich voronka;
4. O'lchov tsilindrlari $(V = 5 - 10 мл)$;
5. Xloroform;
6. Pb (DDK)$_2$ qo'rg'oshin dietilditiokarbaminatning xloroformdagi eritmasi (Eritma quyidagicha tayyorlanadi: tarkibida 0,1 g qo'rg'oshin atsetat bo'lgan 50-100 ml suvli eritmaga 0,1 g natriy dietilditiokarbaminatning yangi tayyorlangan suvli eritmasidan 25-50 ml qo'shiladi. Hosil bo'lgan oq rangli cho'kma 250 ml xloroform bilan eritiladi. Xloroformli qavat quruq filtr qog'ozi yordamida 500 ml hajmli o'lchov kolbasiga filtrlanadi va kolbaning chizig'igacha xloroform quyib aralashtiriladi. Tayyorlangan reagentni agar quyosh nuri tushmagan joyda saqlansa 3-4 hafta ishlatish mumkin);

7. Mis tuzining standart eritmasi $10 мкг/мл$ (Eritmani tayyorlash uchun misning biror bir yaxshi eriydigan tuzidan 0,1 g tortib olinadi va hajmi 50-100 ml bo'lgan stakanga solinib 3-5 ml NNO$_3$ (1:1) bilan ishlanadi, ustiga 20-30 ml distillangan suv solib, eritmani hajmi 1 l bo'lgan o'lchov kolbasiga o'tkaziladi va chizig'igacha distillangan suv quyiladi. Tayyor bo'lgan eritmani 10 marta suyultirilsa, misning $10 мкг/мл$ li standart eritmasi tayyor bo'ladi).

Dietilditiokarbaminat Cu^{2+} ionlari bilan qo'rg'oshinga qaraganda barqaror kompleks birikma hosil qiladi. Hosil bo'lgan mis dietilditiokarbaminat to'lqin uzunligi $\lambda = 436 нм$ bo'lgan nurni maksimal yutish qobiliyatiga ega.

Nikel va kobaltning asosiy qismi suvli eritmada qoladi. Analizda 10 gG'l nikel va 20 gG'l kobalt (metall ioni uchun hisob qilingan) misni aniqlash uchun halaqt bermaydi.

Ishning bajarilishi: 100-50 ml hajmli ajratgich voronkaga 10-15 ml distillangan suv, 10 ml tekshirilayotgan eritmadan qo'shib, undan keyin indikator qog'oz yordamida $pH = 3 - 5$ ga keltiriladi ustiga 5 ml Pb (DDK)$_2$ ning xloroformli

eritmasidan qo'shib, 2 minut davomida tez-tez chayqatib turiladi, natijada organik qavat ajralib qoladi, organik faza, hajmi 25 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga quyib olinadi. Eritmaning suvli qismiga esa yana ikki barobar 5 ml reagent qo'shib ekstraktsiya qilinadi. Olingan ekstraktlar (aralashmadan ajratib olingan organik qavatlar) qo'shilib hajmi 25 ml bo'lguncha xloroform bilan suyultiriladi va tayyor eritmani $\lambda = 436 нм$ to'lqin uzunlikda, qalinligi 5 sm bo'lgan kyuveta yordamida taqqoslash eritmasiga nisbatan optik zichligi o'lchanadi. Taqqoslash (solishtiruvchi) eritmasi quyidagicha tayyorlanadi: 15 ml reagent olib eritmaning umumiy hajmi 25 ml bo'lguncha xloroform bilan suyultiriladi.

Darajalangan grafik tuzish uchun tarkibida 5, 10, 15, 20, 30 va 40 mkg mis bo'lgan standart eritmalar tayyorlanadi. Yuqorida tekshiriladigan eritma bilan qanday amallar bajarilgan bo'lsa, standart eritmalar bilan ham xuddi shunday amallar takrorlanadi va olingan optik zichliklarning qiymatlari asosida darajalangan grafik chiziladi. Chizilgan graduirovkali grafik yordamida tekshiriladigan eritma tarkibidagi misning noma'lum miqdorini topish mumkin.

Izoh: Cu^{2+} ionini bu usul bilan aniqlashga faqatgina Bi^{3+}, Hg^{2+}, Ag^{+} va platina guruhi elementlari, shuningdek $Ni^{2+}(10 г/л)$ va $Co^{2+}(20 г/л)$ ionlarining ortiqcha miqdorlari halaqt beradi.

5- laboratoriya ishi
Ni^{2+} ionini dimetilglioksim bilan oksidlovchi ishtirokida hosil bo'ladigan kompleksi holida fotometrik aniqlash.

Usulning mohiyati: Bu metod Ni^{2+} ionining dimetilglioksim bilan ishqoriy muhitda oksidlovchi ishtirokida hosil bo'ladigan kompleksi qizil-qo'ng'ir rangli eritmasining optik zichligini o'lchashga asoslangan. Oksidlovchilar sifatida erkin yod yoki ammoniy persulfat ishlatiladi.

Bunday sharoitda to'rt valentli nikelning dimetilglioksim bilan hosil qilgan kompleksi hosil bo'lishi aniqlangan

$$Ni^{2+} + 3H_2DMГ + S_2O_8^{2-} \rightarrow [Ni(DMГ)_3]^{2-} + 2SO_4^{2-} + 6H^{+}$$

Kompleks birikma to'lqin uzunligi $\lambda = 470$ bo'lgan nurni maksimal yutish qobiliyatiga ega. Bu to'lqin uzunlikda molyar so'ndirish koeffitsienti $\varepsilon = 1{,}8 \cdot 10^3$ ga teng.

Kerakli asboblar, idishlar va reagentlar:

1. Fotokolorimetr FEK – 56 M yoki KFK – 2;
2. 6 ta 50 ml va bita 100 ml hajmli o'lchov kolbalari;
3. Bitta 5,0 ml hajmli mikropipetka;
4. Bitta 10-15 ml hajmli o'lchov tsilindri;
5. Yuvgich;
6. Kontsentratsiya 0,01 $мг/мл$ bo'lgan Ni^{2+} ning standart eritmasi,
7. 1% li dimetglioksimning 5% li natriy gidroksiddagi eritmasi,
8. 20% li vino kislotasi,

9. 5% li NaOH

10.3% li ammoniy persulfat eritmasi.

Darajali grafik usuli bo'yicha ishni bajarish tartibi:

50 ml o'lchov kolbalariga pipetka yordamida 1, 2, 3, 4, 5 ml nikelning 0,01 mgG'ml li standart eritmasida olinadi, har bir kolbaga 2 ml vino kislotasining 20% li eritmasidan, 5 ml 5% li NaOH dan, 2,5 ml 3% li ammoniy persulfat eritmasidan qo'shiladi. Hamma eritmalarni distillangan suv bilan chizig'igacha suyultiriladi va yaxshilab aralashtiriladi. Har bir eritmaning optik zichliklari yashil yorug'lik filtri va qalinligi 2,0 yoki 3,0 sm ($(\ell = 2{,}0 - 3{,}0 см)$ bo'lgan kyuveta yordamida FEK – 56 m yoki KFK– 2 asbobida suvga nisbatan o'lchanadi.

Olingan natijalar bo'yicha darajalangan grafik chiziladi va eng kichik kvadratlar usuli yordamida darajalangan grafik tenglamasining qiymatlari hisoblab topiladi.

Berilgan kontrol eritmani chizig'igacha distillangan suv bilan suyultiriladi va aralashtiriladi. So'ngra undan 50 mg li 3 ta kolbaga bir xil alikvot qismlar olinadi.

Har bir kolbaga 2 mg 20% li vino kislotasi, 5 ml 5% li NaOH 2,5 ml 3% li ammoniy persulfat va 4 ml dan dimetilglioksim eritmasi qo'shiladi. Chizig'igacha suv bilan suyultirilib aralashtiriladi va suvga nisbatan optik zichliklari o'lchanadi.

Hisoblash. 1. Koeffitsentni hisoblash:

K koeffitsientni hisoblash uchun 2 ta usuldan foydalaniladi:

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

2-usul: $$tg\alpha = \frac{a}{b}, \quad \xi = \frac{ордината}{абцисса}, \quad K = tg\alpha \cdot \xi$$

Tekshiriladigan eritmadagi noma'lum modda miqdori quyidagicha aniqlanadi.

$C_X = \frac{A_X}{K}$ bu erda A_X - kontrol eritmaning optik zichligi;

K - koeffitsient.

Agar $C_{X(МГ)}$ da _____ 1 alikvot qism (ml) bo'lsa,

$X_{МГ}$ _____ 100 ml , bo'ladi.

$$X_{МГ} = \frac{100 мл \cdot C_X}{аликвот(мл)}$$

$X_{МГ}$ – kontrol eritmadagi Ni^{2+} ning umumiy miqdori.

Ni^{2+} ning miqdori, absolyut va nisbiy xatoliklari aniqlanadi.

Bu usulda Ni^{2+} ionini aniqlashga rangli ionlar va ishqoriy muhitda gidroksidlar holida cho'kma hosil qiladigan kationlar halaqit beradi.

6- laboratoriya ishi

KSl va KVr preparatlaridagi mis, nikel, temir va marganets qoldiqlarini birin-ketin ekstraktsion-fotometrik aniqlash

Usulning mohiyati: Bu metod ammiakli–tsitratli bufer eritmadan, misni dietilditiokorbaminat bilan hosil qilgan kompleksi, Ni^{2+} ni dimetilglioksim (DMG) bilan Fe^{2+} ni 1-nitroza-2-naftol bilan, Mn^{2Q} ni dietilditiokarbaminat bilan hosil qilgan komplekslari holida ketma-ket ekstraktsiyalash yo'li bilan aniqlashga asoslangan.

Mis ionlari qo'rg'oshin dietilditiokarbaminatning xloroformli eritmasi bilan ekstraktsiyalanadi . Bunga qachonki $Cu : Me$ nisbati 1:500, 1:500, 1:4, 1:10 nisbatlardan kam bo'lgandagina $Ag^{+}, Hg^{2+}, Bi^{2+}, Te^{3+}$ ionlari halaqt berishi mumkin.

Ni^{2+} DMG bilan hosil qilgan kompleksini xloroform yordamida ekstraktsiya qilinadi, so'ngra nikelning o'zini suvli fazaga o'tkazib, oksidlovchi ishtirokida DMG bilan fotometrik aniqlanadi.

Temir nitrozanaftolat ko'rinishida ajratiladi. Temirni bunday aniqlash uchun mis va nikel ionlaridan tashqari yana Co^{2+} va Ag^{+} ionlari ham 4:1 va 10:1 nisbatlardan oshiq bo'lganda halaqt berishi mumkin.

Ishni bajarish tartibi:

5 g KCl yoki KBr tuzidan tortib olib suvda eritiladi va ustiga 5 ml ammiakli-tsitratli bufer eritma, agar zarur bo'lsa $PH = 7{,}5$ bo'lguncha ammiak eritmasi bilan neyrallanadi, (fenol qizili indikatori yordamida), eritma hajmi 250 ml bo'lgan ajratgich voronkaga o'tkaziladi va taxminan 50 ml hajmdagi suv bilan suyultiriladi, so'ngra eritmadan ketma-ket mis, nikel, temir va marganets ionlari ekstraktsiyalanadi.

Optik zichligi FEK-M fotolkolorimetrida qalinligi 5 sm bo'lgan kyuveta yordamida ko'k svetofiltr bilan "solishtiruvchi" (tarkibida mis, nikel, temir va marganetslar bo'lmagan) eritmaga nisbatan o'lchanadi (faqat temirni aniqlashda qizil svetofiltr qo'llaniladi).

Misni aniqlash: Misni ajratish uchun dastlab qo'rg'oshinni dietilditiokarbaminat bilan xloroformda ikki marta (5 ml dan) ekstraktsiya qilinadi, shundan keyin eritma 5 ml xloroform bilan yuvilib, ekstraktga qo'shiladi, so'ngra hajmi 25 ml bo'lgan o'lchov kolbasidan xloroform bilan suyultirilib tayyor bo'lgan eritmaning optik zichligi o'lchanadi.

Nikelni aniqlash: Misni ajratib bo'lgach eritmaga, agar lozim bo'lsa 1-2 tomchi ammiak (1:2) eritmasidan indikatorning rangi siyoh rang bo'lguncha qo'shilib, ustiga 1 ml 1% dimetilglioksim bilan hosil qilgan kompleks uch marta (5 ml dan) xloroformda ekstraktsiya qilinadi.

Qo'shilgan ekstraktsiyalar 3 marta 0,5 n HCl bilan 5 ml dan solib chayqaladi.

Olingan xlorid kislotali eritmani, hajmi 25 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga solinib, 0,2 ml bromli suv, uning ustiga 1 ml 25% li ammiak eritmasi va 0,5 ml dimetilglioksim qo'shib kolbani chizig'igacha distillangan suv bilan suyultiriladi. Tayyor bo'lgan eritmani 15 minutdan keyin optik zichligi o'lchanadi.

Temirni aniqlash: Nikelni ajratib bo'lgach eritmaga 15 ml 10% li askarbin kislotasi qo'shiladi va oxistalik bilan eritma ammiak yordamida fenol qizili rangigacha neytrallanadi, so'ngra 5 ml 0,1% 1-nitroza-2-naftol solinib taxminan 150 ml hajmgacha suv bilan suyultiriladi, 40 minut vaqt o'tgach temir nirozanaftolatni izoamil spirti bilan ikki marta (10 ml dan) ekstraktsiya qilinadi. Qo'shilgan ekstraktlar o'lchov kolbasida hajmi 25 ml bo'lguncha erituvchi yordamida suyultirilib optik zichligi o'lchanadi.

Marganetsni aniqlash: Temir aniqlangandan keyin 10 ml xloroform solinib chayqatiladi, shunday qilinganda eritmada qolgan izoamil spirti chiqib ketadi. Xloroform qavati tashlab yuboriladi, qolgan qismi ajratgich voronkaga o'tkazilib 5 ml 5% li natriy dietilditiokarbominat qo'shilib 5 ml xloroform bilan chayqatiladi. Oxirgi ish yana bir marta qaytarilib, eritmani 5 ml xloroform bilan yuviladi.

Qo'shilganekstraktlar hajmi 25 ml bo'lguncha xloroform bilan suyultirilib 15 minutdan keyin aralashtirib optik zichligi o'lchanadi.

Darajalangan grafik tuzish uchun tarkibida $0{,}5-20 мкг$ mis, temir va marganetslar bo'lgan standart eritmalar 25 ml hajmli o'lchov kolbalarida tayyorlanadi.

Nikelning standart eritmasini tayyorlash uchun Ni^{2Q} dan aniq miqdorda olib 15 ml 0,5 n HCI eritmasidan va yana uning ustiga bromli suv, ammiak hamda dimetilglioksim qo'shiladi.

Tekshirilayotgan Cu, Fe, Ni va Mn ionlarning miqdorini standart eritmalarining optik zichliklari asosida tuzilgan darajalangan grafikdan topiladi.

Kerakli asbob, idish va reaktivlar:

1. Fotokolorimetr KFK-2, KFK-3;
2. 6 ta 25 ml hajmli o'lchov kolbalari;
3. 250 ml hajmli stakan;
4. Bir dona 250 ml hajmli ajratgich voronka;
5. 25 ml hajmli o'lchov tsilindrlari;

Reaktivlar:

1. Qo'rg'oshin dietilditiokarbaminatning xloroformdagi eritmasi-(eritmani tayyorlash uchun 0,2 g natriy dietilditiokarbaminatni 0,2 g qo'rg'oshin nitrat, 1 g kaliy-natriy tartratlarning suvli eritmalari ammiak bilan fenol qiziligacha neytrallanadi va xloroform solib chayqatiladi. Ikki marta suv bilan ekstrakt filtrlanadi va eritmaning umumiy hajmi 1,0 litrga etguncha xloroform bilan suyultiriladi).
2. Bromli suv;
3. Dimetilglioksimning 1 % li etil spirtidagi eritmasi:
4. Natriy tsitrat;
5. Ammiakli-tsitratli bufer eritma-(500 ml 4% li natriy tsitratga 5 ml 0,1 % li fenol qizili qo'shiladi va uni (1:20) ammiak bilan neytratlanadi, (indikatorda) so'ngra 1 l gacha suv bilan suyultiriladi);
6. Ikki marta haydalgan suv;

7. Xloroform;
8. 25 % li NH_4OH eritmasi;
9. 0,5 n. li HCI eritmasi;
10. 1 % li akarbin kislotasi;
11. 1-nitroza 2-naftolning 1 % li eritmasi. 1 g reaktivdan olib 120 ml 1,0 n KON eritmasida eritiladi va hajmi 1 litrgacha suyultiriladi;
12. Izoamil spirti;
13. Natriy dietilditiokarbaminatning 5 % li eritmasi.
14. $Cu(NO)_3$ ning standart eritmasi, kontsentratsiyasi10 $мкг/мл$ ni tashkil qiladi-(Bu eritmani tayyorlash uchun mis tuzidan 0,1 g tortib olib, hajmi 50-100 ml bo'lgan stakanga solinadi va 3-5 ml NNO_3 (1:1) bilan ishlanadi, uning ustiga 20-30 ml bidistillat quyib suv bilan chizig'igacha suyultiriladi. Olingan eritmaning 10 ml ni 100 ml li o'lchov kolbasiga solinib, chizig'igacha suv bilan suyultiriladi);
15. $Fe(NO)_3$ ning $10 мкг/мл$ li standart eritmasi: $Fe(NO)_3 \cdot 9H_2 0$ tuzidan 0,7238 g olinib suvda eritiladi, ustiga 1-2 ml HNO_3 $(d = 1{,}4 г/см^2)$ qo'shilib, eritmaning hajmi 1,0 litrga etkaziladi. Eritmadan 10 ml olib 100 ml li o'lchov kolbasida chizig'igacha suv bilan suyultiriladi;
16. $NiSO_4$ ning 10 $мкг/мл$ li standart eritmasi-($NiSO_4 \cdot 7H_2O$ (k.t.) tuzidan 0,4786 g olib suvda eritiladi 2-3 ml kontsentrlangan H_2SO_4 qo'shilib eritma hajmini 1,0 litrga etkaziladi, tayyor eritmadan 10 ml olib 100 ml li o'lchov kolbasiga solinadi va chizig'igacha suv bilan suyultiriladi).
17. $MnCl_2$ ning $10 мкг/мл$ li standart eritmasini tayyorlash quyidagi tartibda amalga oshiriladi: (k.t. $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ tuzidan 0,3597 g o'lchab olinib, suvda eritiladi, ustiga 2-3 ml konts. NSl qo'shiladi, eritma hajmini 1,0 l ga etguncha suv bilan suyultiriladi. Tayyor bo'lgan eritmadan 10 ml olib 100 ml hajmgacha suyultiriladi).

7– laboratoriya ishi

Nikelni kadmiy, marganets va tsink ionlari ishtirokida 1-(2-piridilazo)–2 naftol yordamida ekstraktsion fotometrik aniqlash.

Usulning mohiyati: Nikel ionini kadmiy, marganets va rux ionlari ishtirok etgan eritmalardan 1-(2-piridilazo)–2 naftol (PAN) reagenti yordamida ekstraktsion fotometrik aniqlashga asoslangan.

Bu metodda nikel piridilazonaftolatni ekstraktsiya qilish uchun $pH = 4{,}0 - 8{,}0$ oralig'ida bo'lishi kerak. Nikelni ektraktsion ajratish va yuqori selektivlik bilan

ekstraktsion-fotometrik aniqlashda kadmiy uchun $pH = 4{,}0 - 6{,}0$ ga teng, rux uchun $pH = 4{,}0$ ga, marganets uchun esa $pH = 4{,}0 - 7{,}0$ bo'lgan muhitda bajarish mumkin.

Nikel, kadmiy, marganets va rux piridilazonaftolatlarning ekstraktsion va fotometrik xarakteristikalari:

№	Ekstraktsiyalanuvchi kompleks	λ_{maks},nm	$\varepsilon_{макс} \cdot 10^4$	$rN_{1G'2}$	lgK_{eks}
1	NiR_2	575	5,1	2.1	1,9
2	CdR_2	560	4,9	7,0	- 7,9
3	MnR_2	550	5,9	8,5	- 11,0
4	ZnR_2	560	2,9	5,7	- 5,3

Kerakli asbob va reaktivlar:

1. Fotokolorimetr, rN-metr;
2. 6 ta, hajmi 25 ml bo'lgan o'lchov tsilindri;
3. Mexanik aralashtirgich,
4. Filtrlash uchun quruq paxta,

Reaktivlar:

1. Nikel, qadmiy, marganets va rux nitratlarining tarkibida 1 ml eritmada 2-4 mkg ($2-4\,мкг/мл$) Ni, Cd, Mn va Zn ionlari bo'lgan standart eritmalari,
2. PAN ning 0,01 M li spirtli eritmasi;
3. KON ning 1,0 M li eritmasi;
4. 10 % li ammiak eritmasi,
5. Xloroform.

Ishni bajarish tartibi: Tarkibida 20 mkg nikel, kadmiy, marganets va ruh ionlari bo'lgan kisldotali eritmaga 1,0 ml 1,0 M li KON eritmasi, 1,0 ml 0,01 M li PAN reagentining spirtli eritmasi va umumiy hajmi 10 ml ga etguncha distillangan suv bilan suyultiriladi, 5 minut o'tgach cho'kma hosil bo'ladi, uning ustiga 10 ml xloroform qo'shib kolbani mexanik ravishda 5 minut davomida chayqatiladi.

Organik faza ajralib chiqqandan keyin filtrlanadi, qalinligi 1 sm bo'lgan kyuveta va $\lambda = 575 нм$ da «solishtiruvchi» eritmaga nisbatan optik zichligi o'lchanadi. Eritmaning $pH = 4{,}5$ NH_3 va HNO_3 bilan yaratiladi. Ekstraktsiyadan keyin suvli eritmaning muhitini rN metr yordamida tekshirib turiladi. (Eritma muhitini $PH = 4{,}0 - 4{,}5$ oralig'ida saqlash kerak). Eritma tarkibidagi nikelning miqdorini darajalangan grafikdan topiladi.

8–laboratoriya ishi

Legirlangan po'lat tarkibidagi titanni aniqlash.

Usulning mohiyati: Bu usul kislotali muhitda titan kationning vodorod peroksid bilan hosil qilgan sariq rangli

$[Ti(H_2O_2)]^{2+}$ kompleksi holida qo'shimcha metodi bilan fotometrik aniqlashga asoslangan

Po'latning analiz qilinadigan namunasi eritma holiga o'tkaziladi va undan:

a) solishtiruvchi eritma,

b) tekshiriluvchi eritma,

v)tekshiriluvchi eritma qo'shimcha S_{Ti} bilan (qo'shimchada titanning miqdori ma'lum bo'ladi) tayyorlanadi.

Tekshirilayotgan eritma optik zichligi A_x ni va shu eritmani qo'shimcha bilan optik zichligi $A_{x+C_{Ti}}$ ni solishtiruvchi eritmaga nisbatan o'lchab, titanning noma'lum miqdorini tekshirilayotgan eritmaning alikvot qismidan quyidagi formula bo'yicha aniqlanadi:

$$q_{Ti} = C_{Ti} \cdot A_x / \left(A_{x+C_{Ti}} - A_x\right)$$

Bu erda: C_{Ti} – tekshirilayotgan eritmaning alikvot qismiga qo'shilgan Ti ning massasi, mg da.

Eng yaxshi natijalar takrorlanuvchanligi Ti ni aniqlashda $A_{x+C_{Ti}} = 2A_x = 0{,}43$ bo'lganda erishiladi.

Kerakli asbob, idish va reaktivlar:

1. Fotokolorimetr;
2. 1 ta 100 ml hajmli, 3 ta 50 ml hajmli o'lchov kolbalari,
3. 1 ta 25 ml xajmli o'lchov pipetkasi;
4. O'lchov tsilindri.
5. x.t. $H_2SO_4(1:4)$;
6. x.t. $H_3PO_4\left(d = 1{,}70\, г/см^2\right)$;
7. x.t. $HNO_3\left(d = 1{,}4\, г/см^3\right)$;
8. H_2O_2 ning 3% li eritmasi;
9. $Ti(SO_4)_2$ ning 0,05 $мг/мл$ li standart eritmasi - eritmani (tayyorlash uchun, TiO_2 (x.t.) dan 0,0834 g tortib olib, uni sulfat va plavik kislotalarining 1:3 nisbatdagi aralashmasi bilan eritiladi, titan dioksidi to'liq eritma holiga o'tguncha qizdiriladi. So'ngra eritma sovutilib, suv bilan suyultirilgach, qizdirish yana takrorlanadi. Hosil bo'lgan eritmaga 100 ml distillangan suv va 5% li N_2SO_4 eritmasi qo'shilib, eritmaning umumiy hajmi 1,0 litrga etkaziladi).

Ishni bajarish tartibi: 0,25 g po'lat namunasini 50 ml N_2SO_4 ning suvdagi (1:4) eritmasi bilan eritiladi. Namuna erib bo'lgach, ko'pik hosil bo'lguncha nitrat kislotadan tomchilatib qo'shiladi. Aralashma azot oksidlari ajralib chiqishi tugaguncha qaynatiladi, qaynoq eritma sovitilib, so'ngra 100 ml o'lchov kolbasiga o'tkaziladi va kolbani chizig'igacha suv bilan suyultiriladi. Tayyor bo'lgan eritmadan 25 ml hajmli pipetka yordamida 3 ta alikvot qism olinib, 3 ta 5 ml hajmli kolbalarga solinadi.

1-kolba (solishtiruvchi eritma) ga 3 ml fosfat kislota (H_3PO_4) qo'shiladi.

2-kolba (tekshiriluvchi eritma) ga 2 ml vodorod peroksid (H_2O_2) va uning ustiga 3 ml fosfat kislota (H_3PO_4) qo'shiladi.

3-kolba (qo'shimcha S_{Ti} solingan tekshiriluvchi eritma) dagi alikvot qism ustiga aniq o'lchangan hajmda (0,05–1,0 mg titan) titan sulfat qo'shilib, ustiga 2 ml H_2O_2 va yana Fe^{3+} ni rangsiz kompleks holida bog'lash uchun 3 ml N_3RO_4 qo'shiladi.

Kolbalarning hammasiga chizig'igacha distillangan suv bilan suyultirilib, aralashtiriladi va qalinligi 3 sm bo'lgan kyuveta va ko'k rangli svetofiltr bilan optik zichliklari fotokolorimetrda solishtiruvchi eritmaga nisbatan o'lchanadi.

Bu usul tarkibida 0,1–0,4% Ti bo'lgan, o'zida 70 % Fe, 25% Ni va 5% Cu bo'lgan po'lat namunasini analiz qilish uchun qo'llaniladi.

Muhokama uchun savolar

1. Fotometrik aniqlashlarda optimal sharoit qanday aniqlanadi?
2. Fotometrik o'lchashning moxiyatini izoxlang.
3. Buger-Lambert-Ber umumlashgan qonunining ta'rifi nimadan iborat?
4. Qanday hollarda Ber qonunidan chetlanishlar ro'y beradi?
5. Qaysi holatlarda Ber qonuni o'rinli bo'ladi?
6. Eritmaning optik zichligi qanday omillarga bog'liq bo'ladi?

ANALITIK KIMYoNING FIZIK-KIMYoVIY USULLARI FANIDAN TESTLAR

1. Aniqlanayotgan moddaning sifat tarkibini ya'ni u qanday elementlardan, element guruhlaridan yoki ionlardan tarkib topganligini aniqlash . . . . . analizining vazifasidir.

A) Sifat
B) Miqdor
V) Struktur
G) tarkib

2. moddaning kimyoviy tarkibi bilan uning ayrim fizikaviy xossalari o'rtasidagi bog'lanishni o'lchashga asoslangan usul . . . . . deyiladi.

A)Fizik
B) fizik-kimyoviy
V) Struktur
G) Miqdoriy

3. Analizda reaktsiyalar odatda shisha plastinka ustida olib boriladi va hosil bo'layotgan moddalarni mikroskop ostida ko'rib, izlanayotgan ionning bor yoki yo'qligi aniqlanadi.

A)Mikrokristalloskopik
B) fizik-kimyoviy

V) biologik
G) Miqdoriy
4. Moddaning 1 mg dan kam miqdori tekshiriladi. Bunday analizning deyarli barcha amallari mikroskop ostida bajariladi.
A)Ultramikroanaliz
B)Mikrokristalloskopik
I) fizik-kimyoviy
G) biologik
5. Har qanday moddaning eritmadagi kontsentratsiyasi uning ayni sharoitdagi eruvchanligidan ortiq bo'lgandagina shu modda cho'kmaga tushadi. bordiyu, modda juda qiyin eriydigan bo'lsa aniqlanadigan ionning kontsentratsiyasi nihoyatda oz bo'lsada u cho'kmaga tushadi, bunday reaktsiyalar . . . . . deyiladi.
A)Seziluvchan reaktsiyalar
B) samarali reaktsiya
V) kolorimetrik reaktsiya
G) eruvchan reaktsiya.
6. Moddaning shu reaktsiya yordamida topilishi mumkin bo'lgan eng kam kontsentratsiyasi. U ba'zan minimal kontsentratsiya ham deyiladi.
A) Suyultirish chegarasi
B) Topilish minimumi
V) Seziluvchanligi
G) eruvchanligi.
7. Eritma qatlamiga tushayotgan nur intensivligining eritma qatlamidan o'tgan nur intensivligiga nisbatining o'nli logarifmiga teng; Bu bog'lanish to'g'ri chiziqli ko'rinishga ega.
A) Optik zichlik
B) Topilish minimumi
V) Darajalangan grafik
G) eruvchanligi.

8.Eritma tarkibidagi aniqlanadigan komponentni dastlab rangli birikmaga aylantirib, so'ngra shu komponentni ma'lum qalinlikga ega bo'lgan eritma rangli qavatining optik zichligi (nur yutilishi)ni o'lchashga asoslangan usul-
A) Fotokolorimetrik
B) Spektroskopik
V) Xromotorgrafik
G) Fizik.
9. Moddaning kontsentratsiyasi bilan yutilgan nur intensivligi orasidagi miqdoriy bog'lanishni ifodalaydi- bu qanday qonun?

A) Nur yutilishi

B) Additivlik qonuni
V) Nernst qonuni
G) Nur sindirish qonuni

10. 1729 yilda . . . . . modda eritmasi qatlamidan o’tgan nurning yutilishi bilan qatlamning qalinligi orasidagi bog’liqlikni o’rgandi,
A) Buger
B) De Broyil
V) Nernst
G) Maksvell

11. 1760 yilda . . . . . matematik ifodaladi. . . . . esa qonunni aniq eritmalarda sinab ko’rib, uning to’g’riligini tekshirgan.
A) Lambert, Ber
B) Plank
V) Buger
G) Maksvell

12. Buger-Lambert-Ber qonuni kontsentratsiyaning muayyan chegaralaridagina . . . . . chiziqlidir.
A) To’g’ri
B) Egri
V) Qo’sh
G) Tekis qiya

13. eritma qatlamining qalinligi 1 sm va undagi rangli birikmaning kontsentratsiyasi 1 *моль/л* bo’lgandagi optik zichlikni xarakterlovchi o’zgarmas ka A) Molyar so’ndirish koeffitsenti
B) Plank konstantasi
V) to’lqin chastotasi
G) optik zichligi.

14. Har bir komponentning turli o’lchashlardagi miqdorini aniqlash uchun ko’p sonli analizlarni bajarishda abstsissa o’qiga aniqlanadigan komponent kontsentratsiyasi, ordinata o’qiga esa tegishli optik zichliklar qiymati qo’yiladigan bog’lanishga nima deyiladi?.
A) Darajalangan grafik
B) kimyoviy bog’lanish
V) ion bog’lanish
G) to’g’ri javob yo’q

15.Darajalangan grafik tuzish nur yutilishi asosiy qonunining bajarilishini . . . . . usulidir.
A) tekshirish
B) to’xtatish
V) to’g’ri javob yo’q
G) optik zichligi.

16. Bu tenglama yordamida analiz qilinadigan eritma alikvot qismidan tayyorlangan rangli eritmadagi aniqlanadigan komponent kontsentratsiyasini hisoblash mumkin.
A) Eng kichik kvadratlar usuli
B) darajalangan grafik
V) to'g'ri javob yo'q
G) optik zichlik usuli

17. Kelib chiqishi ma'lum bir qonuniyatga asoslanmagan, kattaligi va ishorasi noma'lum bo'lgan xatolardir.

A) Tasodifiy
B) qo'pol
V) to'g'ri javob yo'q
G) sistematik
18.Kattaligi doimiy bo'lib, ma'lum qonuniyat bo'yicha o'zgaradigan xatolardir.
A) Sistematik
B) tasodifiy
V) to'g'ri javob yo'q
G) absolyut
19. . . . . xatolar qo'lanilayotgan analiz usuli va reaktsiyaning xususiyatlari (masalan, aniqlashga asoslangan reaktsiyaning miqdor jihatdan to'liq bormasligi, cho'kmaning qisman erishi, cho'kma bilan begona ionlarning birgalashib cho'kishi), ayrim amallarni bajarish ketma-ketligiga qat'iy rioya qilinmasligi, amallarning aniq bajarilmasligi, cho'kmaning qizdirilganda qisman parchalanishi, erib ketishi yoki uchib ketishi, moddaning gigroskopiklik kabi xususiyatlariga bog'liq.
A) Uslubiy
B) tasodifiy
V) to'g'ri javob yo'q
G) nisbiy
20. . . . . .xatolar asbobning haqiqiy qiymatidan siljishi, masalan, tarozi boshlang'ich (nol) nuqtasining noto'g'riligi, toshlar massalarining nominaldan farqi singarilar tufayli paydo bo'ladi.
A) asboblarga bog'liq
B) bajaruvchiga bog'liq
V) to'g'ri javob yo'q
G) temperaturaga bog'liq
21. Takroriy qilingan analizlar va berilgan ishonchlilik ehtimolining funktsiyasi hisoblanadigan koeffitsient?
A) St'yudent
B)Molyar so'ndirish

V) to’g’ri javob yo’q
G) nur sindirish

22. Molekulalarning bir butun tarzda aylanishi bilan bog’liq bo’lgan molekulaviy spektrlar . . . . spektrlar deyiladi.

A) Aylanma
B) Molyar so’ndirish
V) to’g’ri javob yo’q
G) nur sindirish

23.Molekulaning energiya sathlari orasidagi kvant o’tishlarda vujudga keluvchi yutish spektri yoki chiqarish spektri . . . . . spekrtri deyiladi.

A) Molekulyar
B) EPR
V) to’g’ri javob yo’q
G) YaMR

24. To’lqin uzunliklari 400 *nm* dan 10 *nm* gacha oraliqda joylashgan elektromagnitik nurlanish spektri . . . . .deyiladi.

A)UB spektri
B) EPR spektri
V) to’g’ri javob yo’q
G) YaMR spektri

25.Molekulalarning elektron qobig’i energiyasi o’zgarishi bilan bog’liq kvant o’tishlar natijasida paydo bo’ladigan spektr . . . . .deyiladi.

A) Elektron spektr
B) UB spektri
V) to’g’ri javob yo’q
G) YaMR spektri

26. . . . . asosida maksimal xato va ishonchlilik oralig’i hisoblanadi.

A) St’yudent koeffitsienti
B)Molyar so’ndirish
V) to’g’ri javob yo’q
G) nur sindirish

27. . . . . .tuzish nur yutilishi asosiy qonunining bajarilishini tekshirish usuli hamdir.

A) Darajalangan grafik
B) St’yudent koeffitsienti
V) to’g’ri javob yo’q
G) nur sindirish usulini

28. Tushayotgan nurning monoxromatik bo’lmasligi va nurning modda eritmasiga tushganda sochilishi qanday oqibatga olib keladi?

A) Nur yutilishi qonunidan chetlanishlar
B) Additivlik qonunining bajarilmasligiga.
V) Polixromatiklikga.
G) to’g’ri javob yo’q.

29. Agar eritmaning optik zichligini o’lchashda ma’lum to’lqin uzunliklarga ega bo’lgan (taxminan monoxromatik) nurdan foydalanilsa bu metodni . . . . . metod deyiladi.

A) fotokolorimetrik
B) Fizik.
V)Nefelometrik
G) to’g’ri javob yo’q.

30. Kolloid zarrachalardan o’tayotgan va yutilayotgan nurni o’lchashga asoslangna usullar . . . . . .

A) Nefelometrik va turbidimetrik
B) fotokolorimetrik va spektrofotometrik
V) UB spektroskopik va IQ spektroskopik
G) to’g’ri javob yo’q

IZOXLI LUG'AT - GLOSSARIY

Optik zichlik -	optik zichlik bu o'lchovsiz kattalik bo'lib, u eritma qatlamiga tushayotgan nur intensivligining eritma qatlamidan o'tgan nur intensivligiga nisbatining o'nli logarifmiga teng; $A = \lg \cdot \left(I_0 / I_t \right)$ Bu bog'lanish to'g'ri chiziqli ko'rinishga ega. Qonun $I = I_o \cdot 10^{-\varepsilon \cdot c \cdot l}$ shaklda ham ifodalanishi mumkin.
Fotokolorimetrik analiz	eritma tarkibidagi aniqlanadigan komponentni dastlab rangli birikmaga aylantirib, so'ngra shu komponentni ma'lum qalinlikga ega bo'lgan eritma rangli qavatining optik zichligi (nur yutilishi)ni o'lchashga asoslangan. Agar eritmaning optik zichligini o'lchashda ma'lum to'lqin uzunliklarga ega bo'lgan (taxminan monoxromatik) nurdan foydalanilsa bu metodni fotokolorimetrik metod deyiladi.
Nur yutilishi qonuni-	moddaning kontsentratsiyasi bilan yutilgan nur intensivligi orasidagi miqdoriy bog'lanishni ifodalaydi. 1729 yilda Buger modda eritmasi qatlamidan o'tgan nurning yutilishi bilan qatlamning qalinligi orasidagi bog'liqlikni o'rgandi, 1760 yilda Lambert matematik ifodaladi. Ber esa qonunni aniq eritmalarda sinab ko'rib, uning to'g'riligini tekshirgan.
Nur yutilishi qonunidan chetlanishlar	Buger-Lambert-Ber qonuni kontsentratsiyaning muayyan chegaralaridagina to'g'ri chiziqlidir. Bu chegaralardan chetga chiqqanda qonunning to'g'ri chiziqliligi bajarilmaydi: 1)tushayotgan nurning monoxromatik bo'lmasligi; 2)Monoxromatiklikdan tashqari nurning modda eritmasiga tushganda sochilishi ham qonundan chetga chiqishga olib keladi; 3)kimyoviy jarayonlar ham ta'sir ko'rsatadi: dissotsiatsiya, assotsiatsiya, gidroliz, solvoliz, komplekslanish, oraliq moddalar hosil bo'lishi, zollar, toutomer o'zgarishlar, o'zaro ta'sir (eritmadagi moddalar, erituvchi va h.k.) yoki boshqa kimyoviy o'zgarishlar natijasida tekshiriladigan moddaning kontsentratsiyasi o'zgarishi;
Molyar so'ndirish koeffitsenti -	(ε) eritma qatlamining qalinligi 1 sm va undagi rangli birikmaning kontsentratsiyasi 1 $моль/л$ bo'lgandagi optik zichlikni xarakterlovchi o'zgarmas kattalikdir. Bu koeffitsient hosil bo'lgan rangli eritmaning ma'lum to'lqin uzunlikka ega bo'lgan nurni yutish qobiliyatini ko'rsatadi. Uning qiymati monoxromatik nurning to'lqin uzunligi (λ) ga bog'liq.

Darajalangan grafik usuli- har bir komponentning turli o'lchashlardagi miqdorini aniqlash uchun ko'p sonli analizlarni bajarishda qo'llash maqsadga muvofiqdir. Uning uchun aniqlanadigan komponentning ortib boruvchi kontsentratsiyalari asosida 5-10 ta rangli standart eritmalar tayyorlanadi va ularning optik zichliklari o'lchanadi. Olingan natijalar asosida grafik chiziladi. Abstsissa o'qiga aniqlanadigan komponent kontsentratsiyasi, ordinata o'qiga esa tegishli optik zichliklar qiymati qo'yiladi. Darajalangan grafik tuzish nur yutilishi asosiy qonunining bajarilishini tekshirish usuli hamdir.

Eng kichik kvadratlar usuli Tajribada topilgan barcha nuqtalarning koordinata boshidan o'tadigan bir to'g'ri chiziqda yotishiga ishonch hosil qilingach, eng kichik kvadratlar usuli bilan quyidagi tenglama bo'yicha hisoblanadi:

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

Bu tenglama yordamida analiz qilinadigan eritma alikvot qismidan tayyorlangan rangli eritmadagi aniqlanadigan komponent kontsentratsiyasini hisoblash mumkin. Tenglamadagi «K» koeffitsientning qiymati eng kichik kvadratlar usuli bilan quyidagi formula yordamida hisoblanadi: $K = \dfrac{\sum_{i}^{p} C_i \cdot A_i}{\sum_{i}^{p} C_i^2}$ Bunda A_i va C_i tegishli i-inchi standart eritma optik zichligi (nur yutilishi) va kontsentratsiyasi, $мг/мл$ larda; p -standart eritmalar soni.

Tasodifiy xatolar- kelib chiqishi ma'lum bir qonuniyatga asoslanmagan, kattaligi va ishorasi noma'lum bo'lgan xatolardir. Tasodifiy xatolar analitikning o'ziga bog'liq bo'lmagan tashqi faktorlar, masalan harorat, namlikning o'zgarishi, laboratoriya havosining ifloslanishi, binolarning tebranishi, tok manbasida kuchlanishning o'zgarishi va boshqalar bilan bog'liq.

Sistematik xatolar- kattaligi doimiy bo'lib, ma'lum qonuniyat bo'yicha o'zgaradigan xatolardir. Sistematik xatolarning oldini olish uchun tuzatish kiritish lozim. Agar o'lchash bir tarozi (va toshlardan) yoki asbobdan foydalanib o'tkazilsa, sistematik xato yo'qoladi. Sistematik xatolarga quyidagilarni kiritish mumkin:

uslubiy (metodik) qo'lanilayotgan analiz usuli va reaktsiyaning xususiyatlari

xatolar -	(masalan, aniqlashga asoslangan reaktsiyaning miqdor jihatdan to'liq bormasligi, cho'kmaning qisman erishi, cho'kma bilan begona ionlarning birgalashib cho'kishi), ayrim amallarni bajarish ketma-ketligiga qat'iy rioya qilinmasligi, amallarning aniq bajarilmasligi, cho'kmaning qizdirilganda qisman parchalanishi, erib ketishi yoki uchib ketishi, moddaning gigroskopiklik kabi xususiyatlariga bog'liq.
asboblarga bog'liq xatolar–	asbobning haqiqiy qiymatidan siljishi, masalan tarozi boshlang'ich (nol) nuqtasining noto'g'riligi, toshlar massalarining nominaldan farqi singarilar tufayli paydo bo'ladi.
reaktivlarga bog'liq xatolar–	tayyor yoki tayyorlangan reaktivlar kontsentratsiyalarining haqiqiy qiymatidan farq qilishi natijasida yuzaga kelishi mumkin
Styudent koeffitsienti-	takroriy qilingan analizlar (n) va berilgan ishonchlilik ehtimoli (p) ning funktsiyasi hisoblanadi. Styudent koeffitsienti asosida maksimal xato va ishonchlilik oralig'i hisoblanadi.
Aylanma spektrlar -	molekulalarning bir butun tarzda aylanishi bilan bog'liq bo'lgan molekulaviy spektrlar
Molekulyar spektr -	molekulaning energiya sathlari orasidagi kvant o'tishlarda vujudga keluvchi yutish spektri yoki chiqarish spektri
UB nurlanish -	to'lqin uzunliklari 400 *nm* dan 10 *nm* gacha oraliqda joylashgan elektromagnitik nurlanish.
Elektron spektr -	molekulalarning elektron qobig'i energiyasi o'zgarishi bilan bog'liq kvant o'tishlar natijasida paydo bo'ladigan spektr.

ADABIYoTLAR RO'YXATI

1. Zolotov Yu. A., Doroxova E. N., Fadeeva V. I. i dr. V 2 kn. Kn. 2 Osnovo' analiticheskoy ximii. M.: "Vo'sshaya shkola" 1999, S. 268-270.
2. Vasilev V. P. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Vo'sshaya shkola" 1989, S. 66-79.
3. Pilipenko A. T., Pyatnitskiy I. V. Analiticheskaya ximiya. V 2-x tomax. T.2. M.: "Ximiya" 1990, S. 341-346.

4. Bonchev P. R. Vvedenie v analiticheskuyu ximiyu. Per. s bolg. pod red. B. I. Lobova. L.: “Ximiya” 1978, S. 364-367.
5. Fritts Dj. Shenk G. Kolichestvenno’y analiz. Per. s angl. rod red. Yu. A. Zolotova. M.: “Mir”. 1978 g, S. 74-78.
6. Turobov N. T., Ibraimov Ch. I., Boboev N. B., Umbarov. I. O. Fizik-kimyoviy analiz metodlari. O’quv qo’llanma. Termiz 1999, 4-6 betlar.
7. Kreshkov A. P. Osnovo’ analiticheskoy ximii. V 3-x tomax. T.3 M.: “Ximiya”. 1977,S. 260-264.
8. Fayzullaev O. «Analitik kimyo asoslari» A.Qodiriy nomidagi «Halq merosi» nashriyoti -T.: 2003. 44b b.
9. Ushakova N.N. Kurs analiticheskoy ximii. M.Izdatelstvo MGU 1984g
10.
11.Mirkomilova M.S. Analitik kimyo T.: «O’zbekiston», 2003 y.
12.M.I.Bulatov, I.P.Kalinkin. Prakticheskoe rukovodstvo po fotometricheskim analiza. Leningrad «Ximiya» 1986.
13. Guretskiy I.Ya, Kuznetsov V.V, Kuznetsova L.B i dr. Praktikum po fizko-ximicheskim metodam analiza. Pod redaktsiey Petruxina O.M. M. «Ximiya» 1987.
13. E.N.Doroxova, G.V.Proxorova. «Analiticheskaya ximiya.» «Fiziko-ximicheskie metodo’ analiza.» M. «Vo’sshaya shkola» 1991.
14. V.P.Vasilev. «Analiticheskaya ximiya.» V 2-x ch. Ch.2 Fiziko-ximicheskie metodo’ analiz» M. «Vo’sshaya shkola» 1989.
15. D.A.Skug, D.M.Uest. «Osnovo’ analiticheskoy ximii».V 2-x ch. Perev. s angl. G.V.Doroxovoy, Proxorovoy Ch.2 Fiziko-ximicheskie metodo’ analiza. M. «Mir», 1979.
16. U.F.Pikkering. «Sovremennaya analiticheskaya ximiya». Perev. s angl. k.x.n. B.Ya.Spvakova. M. «Ximiya» 1977.
17. Fiziko-ximicheskie metodo’ analiza. Iz-stvo «Ximiya» 1971.
18. Krukovskaya E. L. Kislotno-osnovnoe ravnovesie v vodno’x rastvorax. Toshkent. Izdatelstvo TashGU. 1980 g.

MUNDARIJA

So’z boshi 3
Analitik kimyoning fizik-kimyoviy usullari fanining maqsadi va vazifalari 4
O’quv kursining mazmuni 6
Analitik kimyoning fizik kimyoviy usullari» kursidan baholash mezoni 7
Kirish. Analitik kimyoning fizik-kimyoviy usullari 8

Atom spektroskopik analiz metodlari. Atom-absorbtsion
analiz metodi 11
Nur yutilishining asosiy qonunlari. Buger-Lambert-Ber qonuni 15
Fotometrik analiz. Molyar so’ndirish koeffitsienti. Fotometriyada
optimal sharoitni tanlash 23
Spektrofotometrik analiz metodi Analizdagi xatoliklar 30
Nefelometriya va turbidimetriya. lyuminestsent analiz 39
Radioaktivatsion analiz usuli 43
Moddalar kontsentratsiyalarini aniqlash metodlari 47
Analitik kimyoning fizik –kimyoviy usullaridan laboratoriya mashg’ulotlari
. . . . 54
Izoxli lug’at- Glossariy 79
Adabiyotlar 82
Mundarija 83