

O.M.Muhammetnazarowa, G.A.Agaýewa

IONLARYŇ KESGITLENİŞ WE BÖLÜNİŞ USULLARY

Ýokary okuw mekdepleri üçin okuw kitaby

*Türkmenistanyň Bilim ministrligi
tarapyndan hödürlenildi*

**Aşgabat
Türkmen döwlet neşirýat gullugy
2010**

UOK 377.537

M 82

Muhammetnazarowa O.M., Agaýewa G.A.

M 82 Ionlaryň kesgitleniş we bölünüş usullary.

Ýokary okuw mekdepleri üçin okuw kitaby. – A.:

Türkmen döwlet neşirýat gullugy, 2010.

TDKP №222, 2010

KBK 22.33 ýa 73

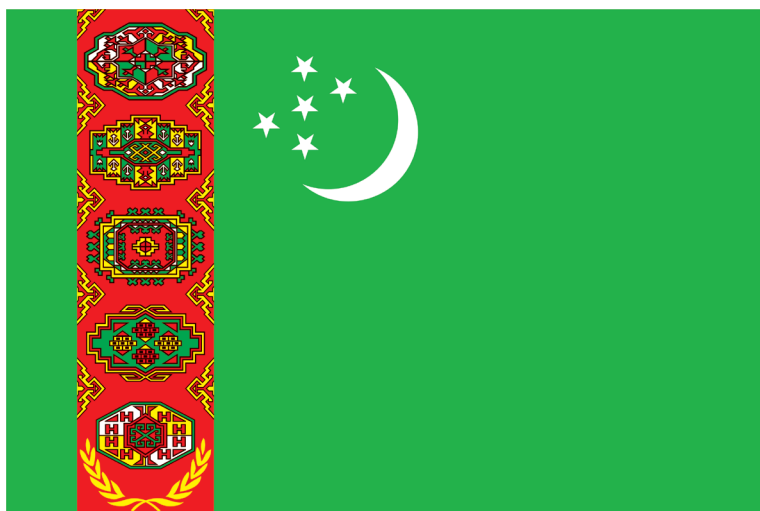
© O.M. Muhammetnazarowa, G.A. Agaýewa, 2010.



**TÜRKMENISTANYŇ PREZIDENTI
GURBANGULY BERDIMUHAMEDOW**



TÜRKMENISTANYŇ DÖWLET TUGRASY



TÜRKMENISTANYŇ DÖWLET BAÝDAGY

TÜRKMENISTANYŇ DÖWLET SENASY

Janym gurban saňa, erkana ýurdum,
Mert pederleň ruhy bardyr köňülde.
Bitarap, garassyz topragyň nurdur,
Baýdagyň belentdir dünýäň önünde.

Gaýtalama:

Halkyň guran Baky beýik binasy,
Berkarar döwletim, jigerim-janym.
Başlaryň täji sen, diller senasy,
Dünýä dursun, sen dur, Türkmenistanym!

Gardaşdyr tireler, amandyr iller,
Owal-ahyr birdir biziň ganymyz.
Harasatlar almaz, syndyrmaz siller,
Nesiller döş gerip gorar şanymyz.

Gaýtalama:

Halkyň guran Baky beýik binasy,
Berkarar döwletim, jigerim-janym.
Başlaryň täji sen, diller senasy,
Dünýä dursun, sen dur, Türkmenistanym!

GIRIŞ

Türkmenistanyň Prezidenti Gurbanguly Berdimuhamedowyň bilim syýasatyny durmuşa geçirmekde we ýaş nesli ýokary bilimli, hünärli adamlar edip ýetişdirmekde ýokary okuw mekdepleriniň mugallymlarynyň önünde uly wezipe durýar.

Hormatly Prezidentimiziň 2007-nji ýylyň 4-nji martyndaky «Bilim-terbiýeçilik edaralarynyň işini kämilleşdirmek hakynda» Kararynda milli bilim ulgamyny özgertmek boýunça geçirilmeli anyk çäreler barada giňişleýin durlup geçilýär.

Häzirki wagtda milli bilim ulgamyny mundan beýläkde ösdürmek we dünýäniň ösen döwletleriniň derejesine ýetirmek göz önünde tutulýar. Bu aladalara gowy düşüňň ýaşlar öz bilimleri we başarnyklary bilen Türkmenistanyň ykdysadyýetini ýokarlandyryp, Garassyzlygyny we baky Bitaraplygyny has hem berkitmelidirler.

«Türkmenistany ykdysady, syýasy we medeni taýdan ösdürmegiň 2020-nji ýyla çenli döwür üçin Baş ugry» Milli maksatnamasynda Watanymyzyň himiýa senagatyna täzeçe çemeleşilmeginiň raýatlaryň saglygyny we tebigaty goramakda hem ähmiýeti uludyr. Mysal üçin, nebitiň, gazyň, ýoduň, bromuň we beýlekileriň gaýtadan işlenilmegi netijesinde öndürilýän önümler, ösümliklere zyýan beriji mör-möjekleriň we keselleriň garsysyna ulanylýan derman serişdeleri, himiki ot-iým goşundylary, aminokislotalar, beloklar, we ş.m.-ler ýasaýsyň aýrylmaz bölegine öwrüldi. Milli maksatnama laýyklykda mineral-çig mal serişdelerini agtaryp tapmagyň, çykarmagyň we gaýtadan işlemegiň,

Türkmenistanyň çägendäki organiki dökünleriň, bentonitiň, ýoduň, bromuň we gazylyp alynýan magdanlaryň gaýtadan işlenilmeginiň netijeli usullary hem-de tehnologiýalary taýýarlanar we önümçilige ornaşdyrylar. Diýmek, tebigy baýlyklarymyza buýsanmak bilen birlikde tebigatyň umumy kanunalaýyklygyna eýerip, ony goramagy, aýamagy ýaş nesle ylmyň ähli ulgamlary boýunça öwretmek mugallymlaryň baş wezipesidir.

Ýokary okuw mekdepleriniň talyplary üçin analitiki himiýa dersi boýunça taýýarlanylýan «Ionlaryň kesgitleniş we bölüniş usullary» atly bu okuw kitaby analitiki himiýanyň hil we mukdar derňewiniň usullaryny öz içine alýar. Kitapda hödürlenen materiallara görä tejribeler we olaryň ýerine ýetiriliş düzgünleri berlip, çözümleri hem düşündirilýär.

Kislota-aşgar, çökdürme, kompleksometriýa, okislenme-gaýtarma titrleme derňew usullarynyň tejribeleri esasynda nusganyň düzümi doly anyklanylýar. Okuw kitaby köpdürli himiki reaksiýalaryň deňlemelerine esaslanyp, onda nazary esaslara, häzirkî zaman himiýa ylmynda, maddalaryň, birleşmeleriň gurluşyna uly üns berilýär. Şeýle hem kitapda kärhanalaryň ulanylýan çig mal serişdeleriniň we öndürýän önüminiň düzümini anyklamak, olaryň mukdar gatnaşyklaryny kesgitlemek ýaly derňew bilen iş salyşýan hünärmenler üçin zerur maglumatlar berildi.

Okuw kitaby ýokary okuw mekdepleriniň talyplary üçin niýetlenen hünär we okuw maksatnamasynyň esasynda ýazylyp, diňe bir talyp ýaşlar däl, eýsem, ýurdumyzyň himiýa we beýleki senagat kärhanalaryndaky tejribehanalarda işleýänler hem peýdalanyp bilerler.

Hormatly Prezidentimiz Gurbanguly Berdimuhamedowyň bilim ulgamynda geçiren özgertmeleri mekdep okuwçylarynyň, ýokary okuw mekdepleriniň talyplarynyň biliminiň çuňňur binýatly bolmagyna, gözýetimi giň, öz işiniň ussady bolan hünärmenleriň köpelmegine uly itergi boldy.

Simap oksidiniň dagrama reaksiýasyna hil we mukdar taýdan baha bereli. Hil taýdan simabyň emele gelsi pro-

birkanyň diwarynda emele gelen kümüş şekilli simabyň damjalaryndan görünýär. Kislorodyň emele gelsi bolsa közli çöpjagazyň üsti bilen kesgitlenilýär, sebäbi közli çöp kislorod barlygynda güýçli ýalyn bilen ýanýar.

Şeýlelikde, simap oksidi, simap atomyndan we kisloroddan durýar diýen netijäni çykaryp bolýar. Mukdar taýdan emele gelen simabyň agramy çekilýär, kislorod bolsa, göwürümi ölçemek arkaly kesgitlenilýär.

Berlen maddany ýönekeý böleklere dargadyp, düzümini öwrenmeklige ýa-da kesgitlemeklige derňew diýilýär.

Derňew adalgasy birinji gezek inlis alymy P.Boýl tarapyn-dan hödürlenilipdir. Derňew ylymda, senagatda we tehnikada uly ähmiýete eýedir. Derňewsiz topragyň, dag jynslarynyň, gazylyp alynýan ýanyjy maddalaryň, duzlaryň, kislotalaryň we esaslaryň himiki düzümlerini kesgitlep bolmaýar. Derňewiň beren netijesine esaslanyp, tejribehanalarda we önümçilikde himiki, fiziki-himiki, himiki-tehnologiki prosesleriň nähili geçýändigini kesgitlenilýär. Analitiki barlag himiýa ylmynda geçirilýän her bir ylmy işde ulanylýar.

Himiýada derňewiň tersine sintez diýen hadysa bardyr. Ýönekeý maddalardan çylşyrymly maddalaryň alynmagyna sintez diýilýär. Oňa suwuň wodoroddan we kisloroddan, ammiagyň azotdan we wodoroddan, simap oksidiniň simap-dan we kisloroddan alynmagy mysal bolup biler. Sintez hem derňew ýaly näbelli maddanyň düzümini anyklamakda uly ähmiýete eýedir. Sintez derňewiň üstüni doldurýar we onuň netijesine esaslanyp, barlanýan maddanyň düzümini anyk kesgitlemäge esas döredýär.

Derňew we sintez tebigatda bolup geçýän hadysalaryň sebäbine düşünmeklige ýardam berýär.

Meselem, suwuň wodoroddan we kisloroddan sintez-lenmegi, onuň çylşyrymly maddadygyny we wodorod bilen kisloroddan durýandygyny subut edýär. Emma, şeýle hem bolsa suwuň düzüminiň çylşyrymly maddadygyny, onuň

bellibir düzüminiň bardygyny gutarnykly subut etmek üçin, derňewe ýüz tutmaly bolýar. Şeýlelikde, sinteziň we derňewiň kömegi bilen suwuň düzümi kesgitlenilýär.

Häzirki wagtda her bir zawodda, ylmy-barlag edarlarynda tejribehanalar bolup, ol ýerde berlen obýektleriň düzümleri öwrenilýär. Köplenç, analitiki himiýa we himiki derňew düşünjesini biri-biri bilen çalsyrýarlar. Bu bolsa analitiki himiýa nädogry düşünmeklige alyp barýar, ýagny ony aýratyn bir ylym hökmünde hasaplaman, oňa ýöne bir derňew geçirilýän, aýratyn bir usul hökmünde garalýar. Himiki derňew ýörite usul bolup, maddanyň düzümini kesgitlemäge kömek berýär. Analitiki himiýa derňewleriň usullary baradaky ylymdyr.

Analitiki himiýa özbaşdak ylym bolup maddanyň derňewiniň nazaryýetini hemme tarapdan ösdürýär, giňeldýär, ylmy tarapdan belli bolan usullary esaslandyrýar, tassyklaýar we täze usullary analitiki himiýanyň nazaryýeti esasynda işläp düzýär.

Analitiki himiýa ýokary okuw mekdepleriniň talyplaryna diňe bir derňewiň usullaryny tejribede nähili geçirmelidigini öwretmän, eýsem, bu usullary ylmy-barlag işlerinde dogry ulanmaga, organiki däl himiýadan alnan bilimleri oňat özleşdirmäge, çuňlaşdyrmaga we fiziki hem kolloid himiýalaryň birnäçe bölümlerine oňat düşünmäge kömek berýär.

Analitiki himiýanyň himiýa ylmynyň ösmeginde uly ähmiýeti bar. Ol tebigy ylymlaryň (agrohimiýa, geohimiýa, biohimiýa, mineralogiýa we ş.m.) ösmegine kömek edip, olar bilen ýakyn arabaglanysyklydyr. Analitiki himiýa tehnologiýanyň ösmegine hem öz täsirini ýetirip önümçilikde çig malyň, ýarym önümiň we taýýar önümiň gözegçilik edilip, barlaglar geçirilip durulmagyna kömek edýär.

Oba hojalygynda bolsa himiki derňew topragyň, dökünleriň we oba hojalyk önümleriniň düzümini barlamakda giňden ulanylýar. Ol topragyň düzüminde saklanýan az mukdarly elementleri, mikroelementleri kesgitlemek

üçin has hem zerurdyr. Ösümlikleriň we haýwanlaryň organizmindäki organiki maddalaryň düzümi hem analitiki himiýanyň kömegi bilen kesgitlenilýär.

Näbelli maddanyň himiki derňewi, esasan, iki basgançakdan durýar:

1. Hil derňewi. Hil derňewiniň kömegi bilen maddanyň düzümindäki elementleri, käwagtlarda bolsa birleşmeleri açýarlar, ýagny hil derňewiniň kömegi bilen maddanyň düzüminiň haýsy himiki elementlerden, atomlar toparyndan, ionlardan ýa-da molekulalardan durýandygy kesgitlenilýär.

2. Mukdar derňewi. Mukdar derňewi barlanylýan maddanyň düzümine girýän elementleriň mukdar gatnaşyklaryny kesgitleýän usullary öwredýär.

Mukdar derňewi hil derňewinden tapawutlylykda maddanyň düzümine girýän elementleriň her biriniň ýa-da maddanyň umumy mukdarynyň göterimini kesgitlemäge mümkinçilik berýär.

2. ANALITIKI TÄSIRLEŞMELERİŇ DUÝGURLYGY, SAÝLAÝJYLYGY WE AÝRATYNLYGY

Hil derňewinde analitiki täsirleşmäniň duýgurlygy uly rol oýnaýar.

Reaksiýanyň duýgurlygy hakyndaky düşünje gerekli reaktiwi dogry saýlamaga, täsirleşýän maddalaryň bellibir göwrümlerini almaga we erginleri tygşytly harçlamaga kömek edýär.

Reaksiýanyň duýgurlygy diýip, bar bolan reaktiwiň kömegi bilen in az mukdardaky maddany (iony) acyp ýa-da tapyp bilmeklige aýdylýar.

Mukdar taýdan reaksiýanyň duýgurlygy bir-biri bilen baglanyşykly bolan üç sany görkeziji bilen häsiýetlendirilýär: açmaklygyň minimumy (m), goýulygyň çäkligi ($C_{\text{çäk}}$) we erginiň in kiçi göwrümi (V_{min}).

Kesgitli şertlerde maddanyň (ionyň) iň az mukdaryny reagentiň täsiri esasynda açyp bolýanlygyna açmaklyk minimumy diýilýär we (m) bilen belgilenilýär hem-de em diýlip okalýar. Açmaklyk minimumyny mkg (mikrogram) bilen ölçeýärler we ony grek harpy γ (gamma) bilen belgileýärler. $I\ mkg(\gamma) = 0,001mg = 10^6\ g$.

Reaksiýanyň duýgurlygy çäkli konsentrasiýasyna hem baglydyr. Munuň özi ergini näçe gowsatsaň-da reaksiýanyň položitel netije berjekdigini görkezýär. Ol barlaýan ionymyzyň massasynyň eredijiniň iň uly massasyna bolan gatnasygy bilen şol bir birlikde aňladylýar. Eger-de erediji suw bolsa, onda suwuň massasyny göwrüm bilen çalşyrmak bolýar. Çäklendirilen konsentrasiýa $C_{cäk}$ bilen belgilenilip, g/sm^3 – da aňladylýar.

Çäkli gowsatmaklyk çäkli konsentrasiýanyň tersine bolan ululykdyr ($V_{cäk}$). Ol 1 g barlaýan ionymyzyň eredijiniň näçe massasynda saklanyp bilýändigini görkezýär we sm^3/g bilen aňladylýar. Çäklendirilen konsentrasiýa näçe az bolsa we çäkli gowsatmaklyk näçe köp bolsa, täsirleşme sonça-da has duýgurdyr.

Reaksiýanyň duýgurlygyny görkezýän üçünji bir faktor, ol hem çäkli gowsadylan ergini saklaýan iň kiçi göwrümdir. Barlaýan ionymyzy açmaklygyň minimumyny saklaýan erginiň iň kiçi göwrümüne diýilýär.

Analitiki täsirleşmäniň duýgurlygyny görkezýän bu baglanyşyklary, ýokarda agzalyp geçilen atlaryň görkezilişine görä, şu aşakdaky formula bilen görkezmek bolar:

$$m = C_{cäk} \cdot V_{min} \cdot 1 \cdot 10^6 (mkg). \quad (1.1)$$

Eger-de çäkli konsentrasiýanyň ($C_{cäk}$) ýerine, çäkli gowsatmaklyk ($V_{cäk}$) berlen bolsa, onda

$$m = \frac{V_{min} \cdot V \cdot 1 \cdot 10^6}{V_{cäk}} (mkg). \quad (1.2)$$

(1.1) formuladan $C_{\text{cägi}}$ şeýle kesgitlep bileris:

$$C_{\text{cäk}} = \frac{m}{V_{\text{min}} \cdot 1 \cdot 10^6} (g/sm^3). \quad (1.3)$$

Ýöne çäkli konsentrasiýanyň ($C_{\text{cäk}}$) gatnaşygy drob bolany üçin, ýagny gatnaşygyň drob sanawjysy bire deň bolany üçin, $C_{\text{cägi}}$ aşakdaky formulanyň kömegi bilen kesgitlemek bolar:

$$C_{\text{cäk}} = \frac{V_{\text{min}} \cdot 1 \cdot 10^6}{m} (g/sm^3). \quad (1.4)$$

Eger gowsatmaklyk çägi ($V_{\text{cäk}}$) berlen bolsa, onda $C_{\text{cägi}}$ şu formula boýunça hasaplamak bolar:

$$C_{\text{cäk}} = \frac{1}{V_{\text{cäk}}} (g/sm^3). \quad (1.5)$$

(1.2) formuladan $V_{\text{cägi}}$ tapalyň:

$$V_{\text{cäk}} = \frac{V_{\text{min}} \cdot 1 \cdot 10^6}{m} (sm^3/g). \quad (1.6)$$

Eger-de in kiçi ($C_{\text{cäkli}}$) konsentrasiýa ($C_{\text{cäk}}$) berlen bolsa, onda ($V_{\text{cägini}}$) şeýle hasaplap bolar:

$$V_{\text{cäk}} = \frac{1}{C_{\text{cäk}}} (sm^3/g). \quad (1.7)$$

Täsirleşme üçin erginiň in az göwrümi (V_{min}) şeýle formula boýunça hasaplanylýar:

$$V_{\text{min}} = \frac{m \cdot V_{\text{cäk}}}{1 \cdot 10^6} (sm^3). \quad (1.8)$$

Bu ýerde: m – açmaklygyň minimumy (mkg), $C_{\text{cäk}}$ – barlanylýan maddanyň in kiçi konsentrasiýasy (g/sm^3), $V_{\text{cäk}}$ – barlanylýan maddany gowsatmaklygyň in soňky çägi (sm^3/g), V_{min} – in soňky çäkliligine çenli gowsadylan erginiň göwrümi (sm^3), 10^6 – gramdan mikrograma geçmek üçin berlen koeffisiýent.

Ýokardaky formuladan peýdalanyp, täsirleşmäniň duýgurlygynyň üç görkezijisiniň biri belli bolsa, onda galan iki görkezijisini kesgitläp bileris.

1-nji mysal. Mikrokrystalloskopiki usul boýunça alýuminiý ionyny açmaklygyň çäkli gowsatmaklygy $150000 \text{ sm}^3/\text{g}$. Berlen erginiň in kiçi göwrümi bolsa, $0,06 \text{ sm}^3$. Alýuminiý ionyny açmaklygyň minimumyny hasaplamaly.

Çözülişi:

$$m = \frac{V_{\min} \cdot 1 \cdot 10^6}{V_{\text{cäk}}} = \frac{0,06 \cdot 1 \cdot 10^6}{150000} \text{ mkg} = \frac{6}{15} \text{ mkg} = 0,4 \text{ mkg}.$$

2-nji mysal. Mis ionyny ammiagyň erginini NH_4OH täsir etdirmek bilen açmak üçin gerek bolan in kiçi göwrüm $0,05 \text{ sm}^3$ -a deňdir. Bu täsirleşmäniň açmaklyk minimumy – $0,2 \text{ mkg}$. Ergindäki mis ionyň çäklendirilen konsentrasıasyny kesgitlemeli. Cu^{2+} ionynyň ergindäki çäkli konsentrasıasy $1:250000 \text{ g/ml}$ -e deň. Mis ionynyň açmaklyk minimumyny tapmaly.

Çözülişi:

$$\begin{aligned} m &= C_{\text{cäk}} V_{\min} \cdot 1 \cdot 10^6 = \frac{1}{250000} \cdot 0,05 \cdot 10^6 = \\ &= \frac{1 \cdot 5 \cdot 10^{-2} \cdot 1 \cdot 10^6}{2,5 \cdot 10^6} \text{ mkg} = 2 \cdot 10^{-1} \text{ mkg} = 0,2 \text{ mkg} \\ V_{\text{cäk}} &= \frac{V_{\min} \cdot 10^2}{m} = \frac{0,05 \cdot 10^6}{0,2} \text{ sm}^3/\text{g} = 250000 \text{ sm}^3/\text{g} \\ C_{\text{cäk}} &= \frac{1}{V_{\text{cäk}}} \text{ g/sm}^3 = 1:250000 \text{ g/sm}^3. \end{aligned}$$

3-nji mysal. Kalsiý ionyny Ca^{2+} sulfat iony görnüşinde açmaklygyň minimumy $0,04 \text{ mkg}$ deň. Ergindäki çäklendirilen gowsatmaklyk bolsa $1:250000 \text{ sm}^3/\text{g}$. Barlaýan erginimizdäki kalsiý ionyny açmaklyk üçin gerek bolan erginiň in az göwrümini hasaplamaly.

$$V_{\min} = \frac{m \cdot V_{\text{cäk}}}{10^6} = \frac{0,04 \cdot 1:250000}{1000000} \text{ sm}^3 = 0,05 \text{ sm}^3.$$

Ionlary açmak üçin geçirilýän täsirleşmeleriň duýgurlylygy ulanylýan maddalaryň tebigatyna we olaryň görnüşlerine baglydyr. Munuň şeýledigini $0,05 \text{ sm}^3$ ergindäki Cu^{2+} ionynyň dürli reaktiwler bilen açylyşynyň mysalynda görmek bolar (*1-nji tablisa*).

1-nji tablisa

Mis (II) ionyny açmak üçin täsirleşmeler

Reagent	Emele gelýän birleşmeler	Analitiki signal ýa-da täsirleşmäniň alamatlary	Açmaklyk minimumy <i>mg</i> hasaby bilen	Iň az konsentrasiýa
HCl $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	$\text{H}[\text{CuCl}_2]$ $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Ýaşyl reňk Gök reňk Goňur reňk	1,0 0,20 0,20	1:50 000 1:250 000 1:250 0000

Cu^{2+} ionyny açmak üçin 1-nji tablisada görkezilen täsirleşmeleriň iň duýgury kaliý ferrosianidiniň kömegi bilen geçirilýän täsirleşmedir.

Täsirleşmäniň açmaklyk çäginde ýokarlandyrylan birnäçe usullar hem bardyr, ýagny täsirleşmäni süzgüç kagyzynyň üstünde geçirmek (damja täsirleşmesi), emele gelen kristalyň görnüşine mikroskop astynda seretmek, täsirleşmäniň netijesinde emele gelen reňkli önümi organiki eredijileriň kömegi bilen bölüp aýyrmak. Suw bilen gowy garyşýan organiki eredijilerde geçirilýän täsirleşmeler oňat netije berýärler. Meselem, suw-aseton gursawynda

eredijiniň polýarlygynyň peselmegi netijesinde emele gelýän kompleks birleşmeleriniň durnuklylygy artýar we eremesi kyn bolan maddalaryň ereýjiligi peselýär. Bu ýagdaý Co^{2+} ionyny $[\text{Co}(\text{CNS})_4]^{2+}$ we Ca^{2+} ionyny Ca SO_4 görnüşde açmak üçin ulanylýar.

Täsirleşmelerde analitiki signal ýa-da netijelilik diňe açylýan iona degişli bolsa, onda oňa özboluşly (mahsus) täsirleşme diýilýär. Meselem, özboluşly täsirleşme NH_4^+ kationyna aşgaryň ergini täsir etdirilende NH_3 -üň bölünip çykmagy, ýoduň krahmal bilen adsorbsion birleşmesiniň garamtyl-gök reňki, lakmus indikatorynyň H^+ we OH^- ionlar bilen gyzyly we gök reňkleri emele getirmekleri mysal bolup bilerler.

Analitiki täsirleşmeleri häsiýetlendirijileriň biri hem täsirleşmäniň saýlaýjylygy we duýgurlygydyr. Täsirleşmäniň duýgurlygy şu aşakdaky faktorlara: täsirleşmäniň tizligine, temperatura, reaktiwiň goýulygyna, pH-nyň tebigatyna, reaktiwleriň yzygiderli guýulygyna, seredilýän erginiň konsentrasıyasyna, ýagtylygyň düşüşine, beýleki ionlaryň garylmagyna we ş.m. baglydyr.

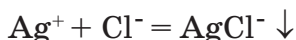
3. ORGANIKI DÄL WE ORGANIKI MADDALARYŇ ANALIZI

Barlanylýan maddanyň hiline görä, analitiki himiýa hem, umumy himiýa ýaly iki sany özbasdak pudaga bölünýär:

a) **organiki däl birleşmeleriň derňewi.** Organiki däl maddalaryň düzümi öwrenilende, esasan, elektrolitleriň suw erginleri bilen iş salsylýar. Şoňa görä-de, biz hil derňewini geçirenimizde suwda erän maddany tutuşlygyna derňew etmän, onuň düzümine girýän aýratyn ionlary, ýagny kationlary we anionlary degişli täsirleşmäniň kömegi bilen kesgitleýäris.

Meselem, ergindäki hlor iony Cl^- açmak üçin erginiň üstüne AgNO_3 guýýarlar. Eger-de erginde Cl^- iony bar bolsa,

onda ak çökündi emele gelýär. Emele gelen çökündi erginde Cl^- ionynyň bardygyny tassyklaýar. Bu täsirleşmäniň esasy manysy, erginde bar bolan özbaşdak Ag^+ we Cl^- ionlarynyň biri-birleri bilen birleşmekleridir:



Eger-de hlor erginde ion görnüşinde bolman, başga bir ion ýa-da molekula görnüşinde, meselem, hlorat-iony ClO_3^- ýa-da dissosirlenmedik hloroformyň CH_3Cl molekulasy görnüşinde bolsady, onda bu täsirleşmäniň manysy ýokarky deňlemedäki ýaly bolmazdy. Sebäbi bular ýaly maddalar (KClO_3 , CH_3Cl) özleriniň düzüminde hlor atomyny saklaýan bolsalar hem, olaryň üstüne AgNO_3 ergini goşulanda çökündi bermeýärler. Diýmek, biz erginde hlor atomyny açman, eýsem, Cl^- ionyny açýarys. Cl^- ionyny açmak üçin reaktiw bolsa AgNO_3 bolman, onuň düzümine girýän Ag^+ ionydyr.

Şeýlelikde, bular ýaly täsirleşmeleriň kömegi bilen maddanyň düzümine girýän atomlar açylman, eýsem, olaryň düzümindäki ionlaryň açylýandygyny görýäris. Meselem, maddada degişli täsirleşmeleriň kömegi bilen K^+ we SO_4^{2-} ionlarynyň barlygy anyklanylsa, şeýle hem erginde başga ionlar ýok bolsa, onda barlanylýan maddanyň kaliý sulfatydygy belli bolýar. Hil analiziň kömegi bilen ergindäki ionlaryň okislenme derejesini hem kesgitlemek bolýar, sebäbi dürli okislenme derejeli ionlar şol bir atom bilen düzümleri boýunça dürli bolan birleşmeleri emele getirýärler.

Düzümi, esasan, ugleroddan we wodoroddan durýan we şeýle hem kislorod, azot, kükürt, fosfor, galogenler we başga elementleri saklaýan organiki maddalaryň analizi geçirilende, diňe olaryň düzümine girýän esasy elementler-uglerod, wodorod we kislorod kesgitlenilmän, eýsem, atomlar toparynyň we olaryň emele getirýän molekulasyňyň gurluşy hem kesgitlenilýär.

Belli bolsy ýaly, organiki maddalaryň köpüsi elektrolit däl maddadyr, şonuň üçin hem olaryň analizinde ion gör-

nüşli täsirleşmeleri ulanmak bolmaýar. Şoňa görä-de, her bir organiki maddanyň düzümini aýratyn täsirleşmeleriň kömegi bilen kesgitleýärler.

Organiki maddalaryň garyndysynyň hil analizi doly öwrenilen däldir. Şoňa görä hem organiki maddalaryň analizi analitikada özbaşdak öwrenilýär.

4. ELEMENTLERI AÇMAKLYGYŇ USULLARY

Maddanyň düzümini kesgitlemeklik şol maddanyň düzümine girýän ionlaryň, atomlaryň we molekulalaryň himiki we fiziki häsiýetlerine esaslanandyr. Elementleri ýa-da birleşmeleri açmak üçin ulanylýan häsiýetleriň görnüşine baglylykda hil analizi himiki, fiziki we fiziki-himiki usullara bölünýärler.

Analiziň himiki usuly täsirleşmäniň netijesinde emele gelýän täze maddanyň häsiýetini öwrenmeklige esaslanandyr.

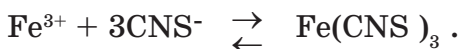
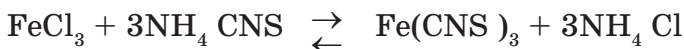
Himiki täsirleşmeleri öl halyndaky we gury halyndaky usullar bilen geçirmek bolar. Hil analizinde, esasan, öl halynda geçirilýän hem usul uly rol oýnaýar. Täsirleşmäniň öl halynda geçirilen usuly, erginde erän maddalaryň arasynda geçýän täsirleşmelere esaslanandyr. Şonuň üçin hem barlanylýan madda suwda, kislotada ýa-da «patysa aragynda» we ş. m. eredilip, ergin görnüşine geçirilýär.

Oksidleriň, splawlaryň, minerallaryň we başga birleşmeleriň analizleri geçirilende hem olaryň suw erginleriniň elektrolitleri peýdalanylýar.

Hil analizini geçirmek üçin himiki täsirleşmeleriň daşky effekt berýän görnüşlerini saýlap alýarlar (ýagny analitiki signala esaslanýarlar). Meselem: 1. Erginiň reňkiniň üýtgemegi. 2. Çökündiniň emele gelmegi. 3. Gazyň bölünip çykmagy.

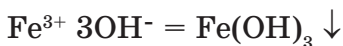
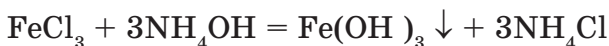
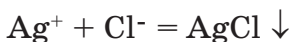
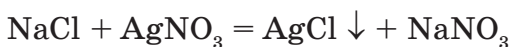
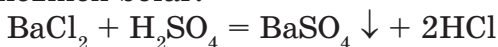
Ýokarda getirilen analitiki signallary, ýagny netijeleri tassyklamak üçin aşakdaky tejribeleri geçirmek bolar.

1. Analitiki himiyada geçirilýän häsiýetli täsirleşmeleriň içinden täsirleşmäniň reňkiniň üýtgemegine mysal edip, Fe^{3+} ionynyň açylysyny getirmek bolar.



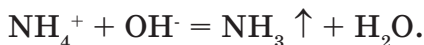
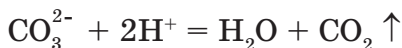
Täsirleşmäniň netijesinde demir rodanidiniň emele gelmegi, erginiň reňkini gyzyň reňke öwürýär. Bu reňkiň emele gelmegi bolsa erginde Fe^{3+} ionynyň barlygyny görkezýär we täsirleşmäniň daşky effektiniň, ýagny analitiki signalyň üýtgemegi bilen geçýändigini tassyklaýar. Diýmek, rodanid-ion Fe^{3+} iony üçin we tersine, Fe^{3+} iony bolsa CNS^- iony üçin reaktiw bolup hyzmat edýär.

2. Analitiki häsiýetli signalyň biri hem çökündiniň emele gelmegidir. Muňa mysal edip, şu aşakdaky täsirleşmeleri görkezmek bolar.



Eger-de Ba^{2+} , Cl^- , Fe^{3+} ionlaryna degişli çökündi emele gelmese, onda biz bu ionlar erginde ýok diýip hasap edip bileris. Diýmek, bu ýerde himiki täsirleşmäniň geçişini görkezýän daşky effekt, ýagny analitiki signal çökündiniň emele gelmegi bolýar. Degişli çökündiniň emele gelmegi boýunça-da biz olaryň häsiýetlerini barlap, barlaýan ionymyz bar ýa-da ýok diýip netije çykaryp bileris. Diýmek, Ba^{2+} iony üçin sulfat iony SO_4^{2-} , Cl^- iony üçin kümüş Ag^+ iony we Fe^{3+} iony üçin bolsa OH^- iony reaktiw bolup hyzmat edip bilýär, tersine, SO_4^{2-} , Cl^- , OH^- ionlary üçin bolsa Ba^{2+} , Ag^+ , Fe^{3+} ionlary reaktiw bolup bilerler.

3. Analitiki täsirleşmäniň kömegi bilen barlaýan madamyzyň düzümini gazyň bölünip çykmagy bilen hem kesgitläp bilýäris. Gazyň bölünip çykmagy bolsa himiki täsirleşmäniň geçişiniň üçünji daşky effekti, ýagny analitiki signal bolup durýar. Meselem:



Kömürtursy gazynyň CO_2 bölünip çykmagy erginiň düzüminde kömür kislotasynyň duzlarynyň bardygyny, ammiak NH_3 gazynyň bölünip çykmagy bolsa, erginde ammoniý duzlarynyň bardygyny görkezýär. Başgaça aýdanyňda H^+ iony (kislota) karbonat (CO_3^{2-}) ýa-da gidrokarbonat HCO_3^- ionlary, OH^- iony bolsa, ammoniý (NH_4^+) iony üçin reaktiw bolýar.

Barlaýan ionymyzy açmak reaksiýasyny başga ionlaryň barlygynda geçirip bolýan bolsa, onda sonuň ýaly täsirleşmä mahsus esasy häsiýetlendiriji täsirleşme diýilýär, reaktiwe bolsa mahsus reaktiw diýilýär. Ýöne mahsus reaksiýalaryň örän azdygyny belläp geçmek gerek. Mahsus täsirleşmä mysal edip ammoniý ionynyň asgar bilen acylysyny görkezmek bolar.

Köplenc, reaktiwler häsiýetleri taýdan biri-birine ýakyn bolan birnäçe ionlara birmeňzeş täsir edýärler. Meselem, Ba^{2+} iony erginde CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , HPO_4^{2-} ionlaryny BaCO_3 , BaSO_4 , BaHPO_4 görnüşinde çökdürýär. Eger-de çökdürmekligi duz kislotasynyň HCl gatnaşmagynda geçirsek, onda Ba^{2+} iony diňe sulfat SO_4^{2-} ionyny çökdürýär, sebäbi BaCO_3 , BaHPO_4 çökündileri duz kislotasynda ereýärler, emma BaSO_4 çökündisi eremeýär.

Diýmek, Ba^{2+} iony duz kislotasynyň HCl gatnaşmagynda sulfat, SO_4^{2-} iony üçin mahsus täsirleşme bolup galýar.

Gury halyndaky usul bilen geçirilýän analizler adynyň görkezşi ýaly, analiz üçin alynýan madda gaty, ýagny gury görnüşde bolýar.

Gury halyndaky usul bilen geçirilýän analizler pirohimiki we owratmak (sokuda sürtmek) analiz usulyna bölünýärler.

Pirohimiki analiz barlanylýan maddany gaz gorelka-synyň ýalnynyň ýokary temperaturasynda gyzdymak bilen geçirilýär. Pirohimiki analiziň birnäçe usullary bardyr. Biz bolsa şolaryň diňe ikisiniň üstünde durup geçeris.

1. Reňkli perliň alynmagy. Birnäçe duzlar we metallaryň oksidleri ýokary temperaturada fosfor duzlarynda, meselem, $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ýa-da burada $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ eredilse, bellibir reňke reňklenen aýnany (perli) emele getirýärler. Şol perliniň reňki boýunça barlanylýan maddanyň düzümine haýsy ionyň girýändigini kesgitlep bilýäris.

Meselem, kobaltynyň birleşmeleri gök reňk, manganesiniň birleşmeleri mawy ameotist, demriň birleşmeleri sary-goňur, nikeliň birleşmeleri gyzy-goňur, hromuň birleşmeleri zümerret-ýaşyl reňkleri berýärler. Perliniň alnysynyň usulyýeti örän ýönekeý we onuň bilen tejribe geçirilende aňsat tansyp bolýar.

2. Ýalynyň reňkiniň üýtgemegi. Köp metallaryň uçujy duzlary gaz gorelkasynyň ýalnynyň reňksiz bölegine tutulanda, ýalynda her iona degişli bolan häsiýetlendiriji reňk emele gelýär. Meselem, natriniň duzlary reňksiz ýalny degişli sary reňke öwürýärler. Kaliniň duzlary aýyk mawy, rubidiniň we seziniň duzlary gülgüne mawy, litiniň we stronsiniň duzlary karmin-gyzyl, bariniň duzlary sarymtyl-ýaşyl, kalsiniň duzlary gyzy goňur kerpiç reňki berýärler.

Owratmak analiz usuly 1898-nji ýylda rus himigi Flawian Mihaýlowiç Flawiskiý tarapyndan hödürlenen. Bu usuly 1884-nji ýyldan başlap F.M. Flawiskiý Kazan uniwersitetinde umumy we organiki däl himiýa kafedrasynda kafedra müdürü bolup işläp ýörkä işläp düzüpdir.

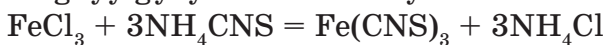
Bu usulda barlanylýan gaty madda farfor sokujujygynda ýerleşdirilýär we onuň üstüne barlanylýan maddanyň mukdary ýaly mukdarda gaty reaktiw guýulýar we bilelikde owradylýar. Täsirleşmäniň geçmegi netijesinde reňkli

madda emele gelyär. Emele gelen maddanyň reňki boýunça hem barlaýan ionymyzyň bardygyny kesgitlep bilýäris. Meselem: kobalt Co^{2+} ionyny açmak üçin kobalt hloridiniň CoCl_2 birnäçe kristalyny, ammoniý rodanidiniň NH_4CNS kristaly bilen sokuda owardýarlar. Kompleks duzuň $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{CNS})_4]$ emele gelmegine görä garyşdyrylan madda gök reňk alýar. Aşakdaky täsirleşmäniň netijesinde gök reňkiň emele gelmegi barlanylýan madda-da Co^{2+} ionynyň bardygyny görkezýär:

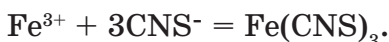


gök reňk

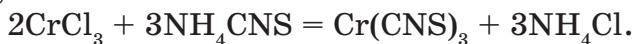
Demriň $+3$ zarýadly ionyny (Fe^{3+}) açmak üçin, demriň üç walentli duzyny NH_4CNS duzynyň kristaly bilen owardýarlar. Eger-de barlanylýan maddada demriň Fe^{3+} iony bar bolsa, onda himiki täsirleşmäniň netijesinde garyşdyrylan madda goýy gyzyl reňke öwrülýär:



goýy gyzyl reňk



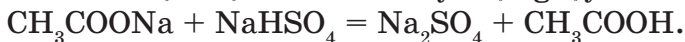
Hromuň $+3$ zarýadly Cr^{3+} ionyny açmak üçin hromuň üç walentli duzynyň kristallarynyň üstüne ammoniý rodanidini goşup owardýarlar. Şonda şeýle himiki täsirleşme bolup geçýär:



sary reňk

Täsirleşmäniň netijesinde sary reňk emele gelyär. Sary reňkiň emele gelmegi bolsa, barlaýan maddamyzyň düzüminde Cr^{3+} ionynyň bardygyny görkezýär.

Asetat CH_3COO^- ionyny açmak üçin uksus kislotasynyň duzynyň gaty kristalyny köp mukdarda bolmadyk gaty NaHSO_4 ýa-da KHSO_4 duzlary bilen owardýarlar. Bölünip çykýan özbaşdak halyndaky uksus kislotasy ysy boýunça bilinýär. Täsirleşme şu deňleme boýunça geçýär:



Flawiskiniň usuly köp wagtlar amalyýetde ulanylmady, soňky ýyllarda bu usul rus himigi S.M. Isakow tarapyndan

işlenilip başlanyldy we ol bu usulyň birnäçe ýagdaýlar üçin örän wajypdygyny görkezdi. Meselem, şu usul bilen magdanlaryň we minerallaryň düzümini meýdan ýerlerinde barlamak bolýar. Hil analizinde gury halyndaky usul bilen geçirilýän täsirleşmeler, esasan, hem gosmaça bolup, olaryň kömegi bilen barlanylan maddalaryň düzümi çalt we çak bilen kesgitlenilýär.

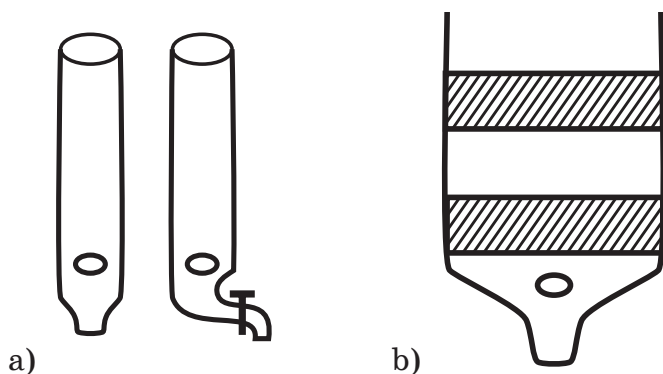
Himiki usul bilen geçirilýän analiz özleriniň çaltlygy boýunça hemişe önümçiligiň talabyny üpjün edip bilmeýär, çünki käbir ýagdaýlarda tehnologiýa prosesini öz wagtynda barlap, ony tiz düzeder ýaly we zaýa önüm goýbermezlik üçin analizleri örän tiz geçirmek gerek bolýar. Şonuň üçin hem himiki usul bilen birlikde, käbir ýagdaýlarda himiki usuldan öňe düşýän fiziki we fiziki-himiki usullary giňden ulanýarlar.

Analizi fiziki usuly maddanyň himiki düzüminiň onuň aýratyn fiziki häsiýetlerine baglydygyna esaslanandyr. Fiziki usula analize spektral, lüminessent analizleri mysal bolup biler. Spektral analizinde barlanylan maddamyz gorelkanyň ýalňyza tutulanda, emele gelýän spektr şöhleleri öwrenilýär. Her bir elemente degişli bolan spektr şöhlesiniň tolkun uzynlygy boýunça barlanylan maddanyň düzümi kesgitlenilýär. Spektr şöhleleriň ýagtylygy boýunça bolsa mukdary kesgitlenilýär. Usul örän duýgur bolup, bu usul bilen aýratyn elementleriň mukdarynyň $10^{-6} - 10^{-8}g$ -a çenlisini kesgitläp bolýar. Barlag geçirmek üçin maddanyň az mukdary gerek bolýar we analiz üçin wagt az sarp edilýär.

Lüminessent analizinde barlanylan madda ultramelewse şöhle tutulsa, maddada lüminessent ýagtylanma (sweteniýe) gözegçilik edilýär. Ultramelewse şöhleleriň çeşmesi bolup, görünýän şöhleleri özünde saklaýan swetofiltrli (ýagtylyk süzgüçli) simap-kwars çyrasy hyzmat edýär. Lüminessent analiz spektral analiza garanynda has duýgurdyr. Bu usul bilen maddanyň $10^{-10}g$ mukdary kesgitlenilip bilner.

Emma hemme maddalar lýuminessent ýagtylanmada häsiýetini ýüze çykaryp bilmeýärler. Şoňa görä-de, bu usul giňden ulanylmaýar. Bu usulyň şu kemçiligine garamazdan ylmyň dürli pudaklarynda we tehnikada, ýagny minerallaryň we organiki birleşmeleriň analizinde, biologiýada, lukmançylykda, oba hojalygynda, iýmit önümlerini derňemekde, derileri eýlemekde, aýnalary sortlamakda, nebit çykýan ýerleri barlamakda we ş.m. ýerlerde giňden ulanylýar.

Analizleriň fiziki-himiki usullarynyň içinde hil analizini geçirmek üçin köp ulanylýan usulyň biri hem hromatografiýa usulydyr. Bu usul 1903-nji ýylda rus alymy M.S. Swet tarapyndan hödürülenendir. Bu usulda barlanylýan ergin aýna turbasynyň içindäki sorbentiň (sorujynyň) üstünden goýberilýär. Meselem, adsorbent bolup Al_2O_3 we CaCO_3 külkesi hyzmat edip biler. Eger-de biz misiň we kobaltyň suw erginlerini alýumininiň oksidinden ybarat bolan adsorbentiň üstünden goýbersek, onda biz iki dürli reňkli zolagyň emele gelendigini görüp bileris (1-nji a,b surat).



a) aýna turbasy. Adsorbsiýa kolonkalary;
 b) gök reňkli zolak (Cu^{2+});
 g) gülgüne reňkli zolak (Co^{2+}).

1-nji surat. Cu^{2+} we Co^{2+} kationlarynyň alýumini oksidiniň – Al_2O_3 üstündäki hromatogrammalary.

Maddalaryň ýa-da ionlaryň adsorbsiýalaşmak häsiýetleri dürli-dürlüdür. Şoňa görä-de, olar turbada ýerleşdirilen

birleşmäniň – kationitiň ýa-da anionitiň ýüzünde dürli zolaklary emele getirýärler we biri-birlerinden bölünýärler. Şol emele gelen zolagyň reňki boýunça-da barlaýan maddamyzyň ýa-da ionymyzyň hilini kesgitlep bilýäris. Eger-de barlanylýan madda ýa-da ion reňkli zolak emele getirmese, onda reňksiz adsorbent şol barlanylýan ion reňk berýän başga bir reaktiw bilen işlenilýär.

Fiziki-himiki usullaryň arasynda hil analizinde giňden ulanylýan usullaryň biri hem polýarografiýa usulydyr (Bu usula aýratynlykda serediler).

Hil analizi barlamaga alýan maddamyzyň mukdaryna görä, ýene-de şu aşakdaky usullara bölünýär (2-nji tablisa).

2-nji tablisa

**Barlaýan maddamyzyň mukdaryna görä hil
analiziniň usullary**

Usullar	Barlanýan maddanyň massasy, g-da	Erginiň mukdary – göwrüm, sm ³
Makro	0,1-1	10-100
Ýarym makro	0,01-0,1	0,1-5
Mikro	0,001-0,01	0,01-1
Ultramikro	0,001	0,01
Submikro	0,0001	0,001

Hil analizinde makro usul biziň analiz üçin alýan maddamyzyň 2-nji tablisadaky ýaly köp mukdardadygyny görkezýär. Analiz probirkada ýa-da kiçijik bulgurda geçirilýär. Şonuň üçin bu usula käwagtlar probirka usuly hem diýilýär. Mikro usulda analiz geçirilýän madda az mukdarda alynýar. Özünüň geçiriliş şertine görä mikro usuly şu aşakdaky usullara bölünýär:

- a) mikrokristalloskopik analiz;
- b) damja analizi;

Mikrokristalloskopik analiziň esasyňy goýujy. M.W. Lomonosow bolup, ol 1844-nji ýylda azot kislotasynda demir

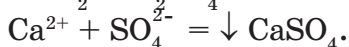
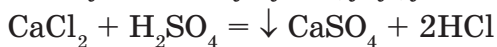
siminiň ereýşine mikroskopda seredende, bu iş onda uly täsir galdyrypdyr. Soň mikroskopy himiki analizde ulanmaklygy M.W. Lomonosowyň işdeşi Towoý Ýegorowıç Lowis tarapyndan ösdürilýär we duzlaryň kristallarynyň formasyny öwrenmek üçin hödürlenýär. Lowisden soň bu usuly ösdürmäge rus alymy Pýotr Nikolaýewıç Ahmetow başlaýar. Onuň 1971-nji ýylda «Himiki barlag üçin mikroskopy ulanmak» diýen işi çap edilýär.

XX asyryň başlarynda bu usul akademik D.S. Belýankin tarapyndan giňden ulanylýar. Soňra bu usuly rus kristallografiýa Ýe.S. Fýodorow giňden ulanýar we kristallohimiki usulynyň analizini hödürläp, bu usul barada monografiýa ýazýar. Bu usulda maddanyň kristalynyň formasy boýunça onuň içki gurluşy we himiki düzümi kesgitlenilýär.

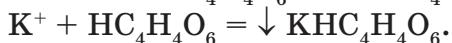
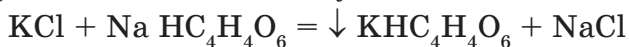
Häzirki wagtda mikrokristalloskopik usul bilen Gorkiý şäherindäki Döwlet uniwersitetiniň professory I.M. Kroýenman is alyp barýar. Onuň 1947-nji ýylda «mikrokristalloskopiýa» diýen gollanmasyny çap edilýär. Mikrokristalloskopiýa häzirki wagtda özbaşdak bir ylmy derse öwürüldi.

Meselem, bu usul boýunça Ca^{2+} we K^+ ionlarynyň aýlyşyna şeýle mysallary getirmek bolýar:

Kalsiý Ca^{2+} ionynyň aýlyşyna mysal:



Gips iňne şekilli kristallary emele getirýär, oňa bolsa mikroskop astynda seredip göz ýetirmek bolýar. Kaliý K^+ iony üçin şu täsirleşmäni ýazmak bolar:



Prizma şekilli kristal emele gelýär. Emele gelen prizma şekilli kristallary mikroskop astynda seredip görmek bolýar.

Damja analizinde adyndan görnüşi ýaly barlanylýan madda we reagent damja görnüşinde alynýar. Bu täsirleşme süzgüç kagyzynyň üstünde ýerine ýetirilýär ýa-da ýörite farfordan ýasalan çukurjykly plastinkada, käwagtlar bolsa mikroprobirkalarda geçirilýär. Damja analizi alynýan maddalaryň mukdaryna baglylykda köpden bäri ulanylyp gelýän probirka analizi bilen mikroanaliziň aralygynda durýan analizdir. Damja analizi özüniň çaltlygy, duýgurlygy, belli bir ionlara täsir edililigi sebäpli organiki däl we organiki maddalary açmakda, olaryň arassalygyny barlamakda, meýdan ýagdaýlarynda magdanlaryň we minerallaryň düzümini çalt barlamakda, tehnikanyň dürli görnüşlerinde, biohimiki analizlerde, dürli ylmy-açyş işlerinde we başgada köp maksatlar üçin ulanylýar. Damja analiziniň esasyňy goýan rus alymy Nikolaý Aleksandrowiç Tananaýewdir.

Damja analizi şu aşakdaky ýaly ýerine ýetirilýär. Bir bölejik süzgüç kagyzynyň ýa-da üsti azajyk oýulan farfor plastinkasynyň üstüne bir damja barlaýan erginimizi ýerleşdirýäris. Soň onuň üstüne degişli bolan reagenti damja bilen guýýarys we netijä garaşýarys. Damja analizi üçin süzgüç kagyzynyň ulanylmagy, süzgüç kagyzynyň süýümlerindäki kapilýarlaryň adsorbsiýa häsiýetlerine esalanýar. Süzgüç kagyzynyň ak reňkli bolmagy, täsirleşmäniň netijesinde emele gelen maddany oňat görmeklige kömek edýär. Eger emele gelýän madda doly eremedik bolsa, onda ol kagzyň kapilýarlarynda tegmil görnüşinde saklanyp galýar, erän maddalar bolsa aňryk hereket edýär. Şeýlelikde, çökmeklik bilen birlikde süzmeklik prosesi hem geçip, süzülen ergin tegmiljigiň, ýagny çökündiniň daşyna aýlanýar. Süzgüç kagyzynyň şu gymmatly häsiýeti, käýagdaýda, ýagny ionlary bölmekde, çökdürmek, süzmek we ýuwmak ýaly köp wagat alýan işlerden halas edýär. Eger-de täsirleşmäni damja plastinkasynda geçirsek, onda täsirleşmäniň netijesinde reňkli ergin ýa-da çökündi emele geler. Damja analizinde

reaktiw kagyzy, ýagny reaktiw siňdirilen kagyz hem ulanylýar, munuň üçin reaktiwli kagyzyň üstüne barlanylýan erginden damja damdyrylýar we täsirleşmäniň emele getirýän maddasyna seredilýär. Meselem, elektrografiki damja usuly üçin želatina siňdirilen kagyz ulanylýar. Damja analizini ýerine ýetireniňde käwagtlar gyzdymaklyk hem talap edilýär. Şonuň üçin täsirleşme geçirilen süzgüç kagyzyňyň daşrakdan mikrogorelkanyň ýalňyna tutup gyzdyrýarlar.

Käwagtlarda damja analizi mikroprobirkada ýa-da mikrotigelde (kiçi göweçde) geçirilýär. Bu ýagdaýlarda gyzdymaklygy bellibir temperaturada geçirmek, ekstraksiýa etmek, ýakmak, splawlamak ýaly adatdaky probirkada geçirilýän analizleri geçirmek bolýar, ýöne ondan tapawudy damja analizinde reagentleriň we wagtyň az harçlanmagydyr.

Damja analizinde reagentler kapilýar turbasy oturdylan kiçijik çüýşejiklerde saklanylýar. Damja analizinde gaz şekilli reagentler hem giňden ulanylýar. Meselem, ammiak, brom, kislotanyň bugy. Süzgüç kagyzyňyň üstünde emele gelen tegmili şonuň ýaly reagentler bilen işlejek bolsalar, onda birnäçe sekund süzgüç kagyzyňyň güýçli ammiak, duz kislotasyny ýa-da brom suwuny saklaýan çüýsejigiň üstünde tutup saklaýarlar.

Damja analiz usulynda, esasan hem, reňkli tegmil emele getirýän täsirleşmeler ulanylýar. Damja analizi üçin şu aşakdaky täsirleşmeleri mysal getirmek bolar:

1. Co^{2+} ionynyň aýlyşyny, ammoniý rodanidiniň NH_4CNS kömegi bilen geçirilse, süzgüç kagyzyňyň üstünde gök reňkli tegmil emele gelýär.

2. Dimetilglioksimiň kömegi bilen nikel Ni^{2+} ionynyň aýlyşy. Nikel ionynyň barlygynda süzgüç kagyzyňyň ortasynda gyzyl ýa-da gülgüne reňkli tegmil emele gelýär. Eger-de şu täsirleşme erginde Fe^{3+} we Cu^{2+} ionlarynyň gatnaşmaklarynda geçse, onda nikel gyzylymtyl-goňur reňkli tegmili emele getirýär. Şonuň üçin şu täsirleşmäni

$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ -üň ergini siňdirilen kagyza geçirmeklik maslahat berilýär, sebäbi reňksiz kompleks (demir we mis fosfatlary) emele gelip, nikeliň dimetilglioksim bilen açylmagyna päsgel bermeýär.

3. Al^{3+} ionynyň açylmagy alizariniň kömegi bilen geçirilýär. Ammoniý ionynyň barlygynda ammiak gursawynda kagyzyň üstünde emele gelen melewşe reňkli tegmiliň üstünde gyzyly reňkli tegmil emele gelýär.

Damja usuly diňe hil analizinde ulanylman, ýarym-mukdar analizi üçin hem ulanylýar. Munuň üçin süzgüç kagyzynda emele gelen tegmiliň reňkini, standart ergin bilen alnan tegmiliň reňki bilen deňeşdirýärler (damja kalorimetriýasy).

Mukdar analizini tiz geçirmek üçin damjanyň giň ýaýramazlygyny gazanmak gerek, onuň üçin eredilen parafin bilen kagyzyň 1 sm^3 çemesiniň (Ýagodiniň usuly) daşyny aýlaýarlar we aýlawyň içine erginiň damjasyny we reagenti guýýarlar. Damja analizinde süzgüç kagyzy ulanmaklyk diňe analiziň gowy geçmegine ýardam etmän, analizi geçirmek üçin gerekli bolan gursawy hem kesgitlemek kynçylygyny ýeňilleşdirýär. Munuň üçin, süzgüç kagyzyň üstündäki damjanyň ýanyna kislotanyň damjasyny damdyrýarlar. Damjalaryň ýaýraýan zolagynda dürli pH-ly gursaw emele gelýär. Haçanda degişli pH gursawy emele gelse reňkli täsirleşme geçýär. Eger barlaýan maddamyz çökündi emele getirse, onda süzmek hem gerek bolmaýar. Eger-de süzmekligi has-da doly geçirjek bolsak, onda çökündi berýän damja analizini 2-3 gat süzgüç kagyzy alyp, täsirleşmäni şonuň 2-nji we 3-nji gatlagynda geçirýärler. Täsirleşme süzgüç kagyzyň üstünde geçirilende kagyza geçirilýän hromatografiýanyňky ýaly bolmasa-da maddalaryň bölünmegi bolup geçýär. Damja analizinde reagentleriň az harçlanýanlygy sebäpli, gymmatly ýa-da seýrek tapylýan reagentleri ulanmaga mümkinçilik döreýär.

Organiki däl himiýada adatdaky probirka analizinde ulanylysy ýaly damja analizinde hem yzygiderli analiziň geciriliş usuly ulanylyp bilinýär. Damja analiziniň kömegi bilen barlanylýan iony başga köp ionlaryň barlygynda gös-göni açmak üçin degişli (selektiw-saýlaýjy) täsirleşmeleri hem ulanýarlar. Damja analizinde organiki reagentleriň birnäçe ionynyň içinden bir iona täsir etmegi gursawa giňden baglydyr. Organiki damja analizi üçin giňden ulanylýan organiki reagentleriň esasyalaryny 3-nji tablisada görmek bolýar.

3-nji tablisa

Damja analizinde giňden ulanylýan organiki reagentler

Reagentler	Ionlar	Reagentler	Ionlar
Alizarin	Al, Zn, Cr	α – nitroza	Co
Alýuminon	lantionidler we başgalar	β – naftol rodizonly natriý	Ba, Sr, Pb
Benzidin	Au, Cu, Cr, Mn	Kaliý rodanidi	Co, Fe, Mo, V
Dimetilglioksim	Ni, Fe, Pd	Rubinawodorod kislotasy	Co, Cu, Ni
Ditizon	Ag, Cu, Hg, Pb, Zn başgalar	Tiomoçewina	Bi
Difenilkarbamid	Cr, Cd, Hg		
Kaliý iodidi	Bi, Fe, Pb	Hinalizarin	Be
Metil mämisi	Sb, Fe, Hg, Zn		

Organiki däl maddalar üçin açylýan minimum 0,1-0,01 *mg*, organiki maddalar üçin bolsa 1-0,1 *mg*.

Damja analiziniň kömegi bilen organiki maddalaryň düzümindäki C, H, O, N, S elementleri, galogenleri we başga

elementleri açmaklygyny usulyýeti hem-de molekulalarynda funksional toparlary OH^- , COOH^- , NO_2^- , NO_3^- , NH_2^- saklaýan köp organiki maddalary açmaklygyny usulyýeti düzülenidir. Damja analizi başga-da dürli meseleleri çözmekde giňden ulanylýar. Damja usuly akademik I.P. Alimarin tarapyndan hödürülenendir. Bu usul iň giň ýaýran usullaryň biri bolup onda, reaktiw az mukdarda ulanylýar we himiki täsirleşmeler üçin wagt az harçlanylýar. Ultramikrousul bilen barlanylýan maddanyň täsirleşmesi 100 esse töweregi ulaldylyp mikroskopyň aşagynda geçirilýär.

5. YZYGIDERLI WE DROB ANALIZLERI

Maddanyň düzümindäki kationlar erginde bardygyny ýa-da ýokdugyny kesgitlemek üçin toparyň toparlaýyn reaktivi diýip at berilýän reaktiwler ulanylýar. Analiziň gidisinde öz häsiýetleri boýunça biri-birine ýakyn bolan ionlary aýyry ýa-da gerek bolsa çökdürüp bilýän reaktive toparyň toparlaýyn reaktivi diýilýär. Her bir toparyň toparlaýyn reaktivi bilen çökdürilen çökündiler täzedan erdip, düzümindäki ionlar mahsus täsirleşmeleriň kömegi bilen açylýar. Toparyň toparlaýyn reaktiwleriniň ýene-de bir gowy tarapy, eger-de barlaýan ionlarymyz, toparyň toparlaýyn reaktiwleri bilen otirisatel täsirleşme berseler, onda biz barlaýan toparymyzyň ionlary erginde ýok diýen netijäni çykaryp bileris. Toparyň toparlaýyn reagentleriniň saýlanyp alnysyna görä, ionlaryň toparlara bölünüşiniň birnäçe shemasyny bermek bolar. Şoňa görä-de, yzygiderli analiz dürli-dürli bolup biler.

Aşakda berlen shema boýunça kationlar sulfidlere, karbonatlara, hloridlere we gidroksidlere gatnaşyklaryna görä analitiki toparlara bölünendirler. Belli bolmadyk maddalaryň düzümini kesgitlemek üçin, yzygiderli analiz, ýagny toparlary yzygiderli biri-birinden bölüp aýyrmak analizi ulanylýar. Kükürtwodorod usuly boýunça hemme kationlar 5 sany analitiki topara bölünýär.

Kationlaryň I analitiki topary

Birinji analitiki toparyň kationlaryna Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} ionlary girýärler. Aşgar metallary D.I. Mendeleýewiň periodiki sistemasynyň birinji toparynyň baş (A) toparçasyna, Mg^{2+} bolsa ikinji toparyň baş (A) toparçasyna girýärler. Birinji toparyň kationlary üçin toparlaýyn reaktiw ýa-da umumy çökdüriji ýokdur.

Kationlaryň II analitiki topary

Kationlaryň ikinji analitiki toparyna Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} kationlary girýärler. Bu aşgar-ýer metallary D.I. Mendeleýewiň periodiki sistemasynyň ikinji toparynyň baş (A) toparçasyna degişlidir.

Toparyň toparlaýyn reagenti hökmünde ammiak we ammoniý hloridiniň erginleriniň gatnaşmagynda ammoniý karbonaty duzunyň ergini $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 + (\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl})$ ulanylýar (erginiň gursawy $\text{pH}=8-9$ bolmalydyr).

Kationlaryň III analitiki topary

Üçünji analitiki toparyň kationlaryna Al^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} ionlary girýärler.

Bu toparyň elementleri D.I. Mendeleýewiň periodiki sistemasynyň II, III, VI, VII, VIII toparlarynda ýerleşýärler. Bu topar üçin toparyň toparlaýyn reagenti hökmünde ammiak we ammoniý hloridiniň erginleriniň gatnaşmagynda ammoniý sulfidi $((\text{NH}_4)_2\text{S} + \text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl})$ ulanylýar (duzlaryň erginleriniň gursawy $\text{pH}=8-9$ bolmalydyr.)

Kationlaryň IV analitiki topary

Kationlaryň dördünji analitiki toparyna Ag^+ , Pb^{2+} , $[\text{Hg}_2]^{2+}$, Hg^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} kationlary girýärler. Bu kationlary emele getirýän metallar D.I. Mendeleýewiň periodiki sistemasynyň IV, V, VI uly periodlarynyň ikinji

ýarymynda ýerleşýärler: (Cu we Ag) birinji, (Cd we Hg) ikinji, (Pb) dördünji we (Bi) başinji toparlarda ýerleşendirler. Bu toparyň toparlaýyn reagenti kislota gursawynda kükürtwodoroddyr (H_2S) (erginiň gursawy $pH=0,5$ bolmaly).

Dördünji toparyň kationlary öz gezeginde ýene-de iki toparça bölünýärler:

1-nji toparça (kümsüş toparçasy hem diýilýär) Ag^+ , Pb^{2+} , $[Hg_2]^{2+}$ kationlary girip, olar gowsadylan duz kislotasy bilen çökdürilýär.

2-nji toparça (misiň toparçasy hem diýilýär) Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{2+} kationlary girýärler. Bu kationlar duz kislotasy bilen çökmeýärler.

Kationlaryň V analitiki topary

Başinji analitiki toparyň kationlaryna As^{3+} , As^{5+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} ionlary girýärler. Bu kationlaryň elementleri D.I. Mendeleýewiň periodiki sistemasynyň (As we Sb) başinji toparynda we dördünji toparynda (Sn) ýerleşendirler.

Başinji analitiki toparyň sulfidleri (gursunyň sulfidinden PbS başgasy) kislota häsiýetini ýüze çykarýarlar we asgar metallaryň sulfidlerinde eräp, tiouzlary emele getirýärler. Bu häsiýetleri olary dördünji toparyň sulfidlerinden tapawutlandyrýar, sebäbi dördünji toparyň 2-nji toparçasynyň sulfidleriniň esasy häsiýetleri olaryň asgar metallaryň sulfidlerinde eremeýänligidir. Şu häsiýetlerine görä yzygiderli drob analizinde dördünji toparyň 2-nji toparçasynyň kationlaryny başinji toparyň kationlaryndan bölüp aýyrmak bolýar. Bu toparyň toparlaýyn reagenti bolup hem kükürtwodorod H_2S hyzmat edýär (erginiň gursawy $pH=0,5$). Käbir kitaplarda IV toparyň 2-nji toparçasyny V toparyň kationlary bilen bilelikde IV topar edip alýarlar (*3-nji tablisa*), sebäbi bularyň ikisiniň hem toparlaýyn reagenti bolup kislota gursawynda kükürt wodorod (H_2S) hyzmat edýär (gursawyň pH -y 0,5). IV toparyň 1-nji toparçasyny bolsa V topara degişli edýärler. Sebäbi yzygiderli

analiz geçirilende ilki bilen IV toparyň 1-nji toparçasyny HCl bilen çökdürüp aýyrýarlar. Şoňa görä-de, bu toparçany V topar, toparyň toparlaýyn reagentini bolsa, duz kislotasy diýip hasaplaýarlar.

Analiziň kükürtwodorod usuly boýunça kationlaryň toparlara bölünüşiniň shemasy 3-nji (a) tablisada görkezilendir. Kükürtwodorod usuly boýunça kationlaryň analiziniň shemasy gadymdan gelýän, oňat öwrenilen we ösdürilen usuldyr. Şeýle-de bolsa häzirki wagtda bu usul özüniň ähmiýetini kükürtwodorodyň zäherleýji häsiýetliligi üçin ýuwaş-ýuwaşdan ýitirýär, ýagny özüniň ornuny kislota-aşgar usuly bilen çalyşýar.

3-nji a tablica

**Kationlaryň kükürtwodorod analiz shemasy
boýunça bölünşi**

Topary	Kationlar	Toparyň toparlaýyn reagenti	Emele gelýän birleşmeler	Toparyň birleşmeleriniň häsiýetleri
1	2	3	4	5
I	K^+, Na^+, NH^+, Mg^{2+}	Ýok		Sulfidleri we karbonatlary suwda ereýärler, magniniň esas karbonaty ammoniý duzunyň ergininde ereýär.
II	$Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+}$	$(NH_4)_2CO_3$	$BaCO_3, SrCO_3, CaCO_3$	Sulfidleri suwda ereýärler: karbonatlary suwda eremeýärler.

3-nji a tablisanyň dowamy

1	2	3	4	5
III	Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$ $\text{pH} > 7$	Al_2O_3 H_2O Cr_2O_3 H_2O Fe_2S_3 , MnS CoS , NiS , FeS	Sulfidleri (ýa-da gidroksidleri) suwda eremeýärler, gowsadylan kislotalarda ereýärler.
IV	1-nji toparça Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{2+} 2-nji toparça As(III) , As(V) , Sb(III) , Sb(V) , Sn(II) , Sn(V)	H_2S $\text{pH} = 0,5$	CuS , CdS , HgS , Bi_2S_3 , As_2S_3 , Sb_2S_3 , SnS , SnS_2	Sulfidleri gowsadylan kislotalarda eremeýärler; 2-nji toparçanyň kationlarynyň sulfidleri ammoniý polisulfidinde eräp, tioanionlary emele getirýärler.
V	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	HCl	AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2	Hloridleri we sulfidleri suwda we gowsadylan kislotalarda eremeýärler.

Kationlary toparlara bölmek üçin ýene giňden ulanylyan usullardan kislota-aşgar (4-nji tablisa) we ammiaklyfosfat (5-nji tablisa) usullaryny görkezmek bolar.

Kislota-aşgar usuly hloridleriň, sulfatlaryň we karbonatlaryň mineral kislotalarynda, natriý gidroksidinde we ammiak erginlerinde dürli hili eremeklerine esaslanandyr. Bu usulda toparlaýyn reagent bolup duz kislotasy, kükürt kislotasy, natriniň gidroksidi we ammiak (4-nji tablisa) hyzmat edýär.

Ammiakly-fosfat usulynyň analiziniň shemasy (5-nji tablisa) metallaryň fosfatlarynyň we hloridleriniň dürli hili eremek häsiýetlerine esaslanandyr. Bu usulyň shemasy, esasan, hem fosfat ionyny saklaýan obýektleri meselem, topragy we mineral dökünleri öwrenilende peýdalydyr. Başga shemalarda haýsy hem bolsa bir usul bilen fosfat ionyny mümkin boldugyça erginiň düzüminden aýyryýarlar, meselem, ion çalyşmak usuly bilen ýa-da sirkoniý fosfaty görnüşinde çökdürilýär. 3,4,5-nji tablisalardan görnüşi ýaly, şu shemalaryň birnäçe tapgyrlary biri-birine meňzeşdir. Meselem, hemme shemalarda Ag^+ , Pb^{2+} , $[\text{Hg}_2]^{2+}$ kationlaryny eremeýän hloridler görnüşinde çökdürýärler.

4-nji tablisa

**Kationlaryň kislota-aşgar analiziniň
shemasy boýunça bölünşi**

Toparyň belgisi	Kationlar	Toparyň toparlaýyn reagenti	Emele gelýän birleşmeler	Toparyň birleşmeleriniň häsiýetleri
1	2	3	4	5
I	K^+ , Na^+ , NH_4^+	Ýok		Hloridler, sulfatlar, gidroksidler suwda eremeýärler.
II	Ba^{2+} , Sr^{2+} , Cd^{2+}	H_2SO_4	BaSO_4 , SrSO_4 (CaSO_4)	Sulfatlar suwda we gowsadylan kislotalarda eremeýärler.
III	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	HCl	AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2	Hloridler suwda we gowsadylan kislotalarda eremeýärler.

4-nji tablisanyň dowamy

1	2	3	4	5
IV	Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn(II) , Sn(IV)	NaOH , H_2O_2	Al(OH)_4^- , Zn(OH)_4^- , CrO_4^{2-} , Sn(OH)_6^{2-}	Gidroksidler artykmaç alnan aşgarlarda ereýärler.
V	Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Sb(III) , Sb(V) , Bi^{3+}	NH_3 , H_2O_2	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot$ $\cdot \text{H}_2\text{O}$, MnO(OH)_2 , $\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot$ $\cdot \text{H}_2\text{O}$, HSbO_3	Gidroksidler artykmaç alnan ammiakda eremeýärler.
VI	Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Mg^{2+}	NH_3 , H_2O_2	$\text{Cu(NH}_3)_4^{2+}$ $\text{Cd(NH}_3)_4^{2+}$ $\text{Hg(NH}_3)_4^{2+}$ $\text{CO(NH}_3)_6^{3+}$ $\text{Ni(NH}_3)_6^{2+}$ H_6^{2+} Mg^{2+}	Gidroksidler artykmaç alnan ammiakda ereýärler, magniniň gidroksidi ammoniý duzunyň ergininde ereýär.

5-nji tablisa

**Kationlaryň ammiakly-fosfat analiziniň
shemasy boýunça bölünişi**

Toparyň belgisi	Kationlar	Toparyň toparlaýyn reagenti	Emele gelýän birleşmeler	Toparyň birleşme- leriniň häsiýetleri
1	2	3	4	5
I	K^+ , Na^+ , NH_4^+	Ýok		Fosfatlar suwda ereýärler.

5-nji tablisanyň dowamy

1	2	3	4	5
II	I toparça Ba ²⁺ , Sr ²⁺ , Ca ²⁺ , Mg ²⁺ , Mn ²⁺ , Fe ²⁺	(NH ₄) ₂ HPO ₄ NH ₃	BaHPO ₄ , SrHPO ₄ , CaHPO ₄ , MgNH ₄ PO ₄ , MnNH ₄ PO ₄ , FeHPO ₄	Fosfatlar suwda we ammiakda eremeýärler. 1-nji toparçanyň kationlary- nyň fosfat- lary uksus kislotasyn- da ereýärler.
	2-nji toparça Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Fe ³⁺ , Bi ³⁺		AlPO ₄ , CrPO ₄ , FePO ₄ , BiPO ₄	2-nji toparçanyň kationlarynyň fosfat- lary uksus kislotasyn- da eremeýärler, düz kislota- syn- da ereýärler.
III	Cu ²⁺ , Cd ²⁺ , Hg ²⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Zn ²⁺	NH ₃	Cu(NH ₃) ₄ ²⁺ Cd(NH ₃) ₄ ²⁺ Hg(NH ₃) ₄ ²⁺ Co(NH ₃) ₆ ²⁺ Ni(NH ₃) ₆ ²⁺ Zn(NH ₃) ₄ ²⁺	Fosfatlar ammiakda ereýärler.
IV	As(III), As(V), Sb(III), Sb(V), Sn(III), Sn(V)	HNO ₃	HSbO ₃ , H ₂ SnO ₃ H ₃ AsO ₄	Metasürme we metagalaýy kislotalary suwda eremeýärler we mysýak kislotasyny adsorbirle- ýärler.

5-nji tablisanyň dowamy

1	2	3	4	5
V	Ag ⁺ , Pb ²⁺ , Hg ₂ ²⁺	HCl	AgCl, PbCl ₂ , Hg ₂ Cl ₂	Hloridler suwda we gowsadylan kislotalarda eremeýärler.

6. KATIONLARYŇ ANALITIKI TOPARLARYNYŇ D.I.MENDELEÝEWIŇ PERIODIK KANUNY BILEN BAGLANÝŞYGY

D.I.Mendeleyewiň 1869-njy ýylda açan periodik kanuny analitiki himiýanyň ösmeginde örän uly rol oýnady. D.I.Mendeleyewiň bu kanuny analitiki himiýanyň nazaryýetiniň ösmegi üçin berk binýat bolup hyzmat edýär. Şol wagtdan başlap analitiki himiýa, himiýa ylmynyň özbaşdak bir sahasy hökmünde ösüp başlady. Şeýlelikde, D.I. Mendeleyewiň periodik kanuny kationlaryň analitiki toparlara bölünmegi bilen hem ýakyndan baglanyşyklydyr.

Kationlaryň kükürtwodorod usuly boýunça analitiki bölünişi elementleriň periodik kanuny bilen ýakyndan baglanyşyklydygy has hem oňat görkezýär. Kationlaryň kükürtwodorod usuly boýunça bölünişi rus himigi N.A. Mensutkin (1871ý.) tarapyndan hödürlenýän bölünişik bilen gabat gelýär.

Analiz geçirilende ergindäki analitiki toparlaryň yzygiderli bölünmegi olaryň öwrenilen tertip belgilerine ters gelýär. Erginden ilki bilen IV-V toparlaryň kationlary bölünip aýrylýar, soň III-II toparlaryň kationlary, in ahyrynda bolsa I toparyň kationlary analiz edilýär. Emma analitiki toparlaryň kationlarynyň täsirleşmeleri öwrenilende bolsa I topardan başlanylyp, ýönekeý materiallardan kem-kemden çylsyrmyly materiallara geçilýär we sonuň bilen birlikde hem ýuwaş-ýuwaşdan nazary materiallar özleşdirilýär.

Kationlary toparlara bölmeginiň hemme shemalarynyň

esasynda ionlaryň himiki häsiýetleriniň meňzeşlikleri we aýratynlyklary göz önünde tutulýar. Ionlaryň häsiýetleri elementleriň elektron gurluşlary we elementleriň periodik sistemasynda ýerleşişleri bilen baglanyşyklydyr.

Dürli shemalar boýunça kationlaryň toparlara bölünisiniň içinde in ýörgünlilerinde kükürtwodorod we kislota-asgar shemalaryny bellemek bolar.

Kükürtwodorod shemasy metallaryň sulfidleriniň, hloridleriniň we karbonatlarynyň ereýjiligi bilen baglanyşyklydyr. Meselem, eremesi kyn sulfidleri emele getirýän kationlar, periodik sistemanyň çep tarapynda ýerleşýärler. Şeýlelikde, I-II analitiki toparlar D.I. Mendeleýewiň periodik sistemasynyň I we II toparlary bilen doly gabat gelýär. Eremesi kyn bolan sulfidleri emele getirýän kationlar IV topardan başlap, periodik sistemanyň sag tarapynda ýerleşýärler. III analitiki toparyň kationlarynyň $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ bilen sulfidler görnüşinde çökýänleri, esasan, dördünji periodyň ortasynda ýerleşýärler, gidroksid görnüşinde çökýänleri bolsa periodik sistemanyň III-V toparlarynyň çep tarapynda ýerleşýärler (diňe VI toparda ýerleşýän hromdan başgasy).

Ionlaryň häsiýetleriniň elementleriň elektron gurluşy bilen ýakyndan baglanyşyklydygyny şu aşakdaky mysallaryň üsti bilen görmek bolar. I-II analitiki toparyň kationlarynyň we III toparyň kationlarynyň $[(\text{NH}_4)_2\text{S}]$ bilen gidroksid görnüşinde çökýänleri özleriniň in soňky elektron gatlaklarynda dolan 2 ýa-da 8 sany elektrony saklaýarlar. III-V analitiki toparlaryň eremesi kyn sulfidleri emele getirýän kationlary, özleriniň in soňky elektron gatlaklarynda dolan 18 elektrony, dolmadyk 8-den 18-e geçýän elektrony ýa-da ahyrda $18+2$ elektrony saklaýarlar. Kationlaryň arasynda soňky elektron gatlaklarynda dolmadyk elektron saklaýanlaryň birnäçesi öňki elektron gatlagynda 8 elektron saklap, kislotada ereýän sulfidleri emele getirip, III analitiki topara gatnaşýarlar. Başga birleri bolsa soňky gatlagyň önündäki gatlakda 18 elektron saklap, kislotada eremeýän sulfidleri emele getirýärler we IV-V analitiki toparlara gatnaşýarlar.

Birnäçe ýerlerde şu kanuna dogry gelmezliginiň sebäbi hem analizi geçirmek üçin ukyply bolan ýagdaýlaryň göz önünde tutulmagydyr. Meselem: Mg^{2+} kationlaryny özüniň birnäçe häsiýetleri boýunça II toparyň kationlaryna goşmak mümkin hem bolsa, ony I toparyň kationlary bilen öwrenýärler.

Kationlaryň analitiki toparlary bilen elementleriň D.I. Mendeleyewiň periodik sistemasynda ýerleşişiniň baglanysyklygy sowet himikleri N.I. Blok, I.M. Korenman, K.B. Ýasimirskiý we başgalar tarapyndan öwrenilendir.

Analitiki toparyň kükürtwodorod usuly boýunça toparlara bölünişi elementleriň periodiki sistemasynyň 6 topary bilen ýakýndan baglanysyklygy 6-njy tablisada oňat görkezilen. Bu tablisada az ereýän birleşmeleri emele getirýän ionlaryň, ýagny toparlaýyn reagentleriň anionlarynyň düzümine girýän hlor, kükürt we kislorod atomlary bilen birleşişleri görkezilen.

Analitiki toparlaryň kislota-aşgar shemasynyň elementleriň periodiki sistemasynyň toparlary bilen baglanysygy 7-nji tablisada görkezilen. Bu ýagdaýda hem elementleriň elektronlarynyň gurluşynyň olaryň periodik sistemada ýerleşişlerine baglydygy we häsiýetleri boýunça meňzeş birleşmeleri (çökündi we kompleksleri) emele getirýändigleri görkezilýär.

6-njy tablisa

Kükürtwodorod shemasy boýunça kationlaryň analitiki toparynyň elementleriniň periodik sistemasynyň topary bilen baglanysygy

Topar	I A, IIA, III A(B), IVA	VA, VIIIA, VIII	I B, II B.	IIIB-VB
	Elektron gurluşy			
1	2	3	4	5
Atom(toparlaýyn reagent)	$S^2 P^6$	$S^2 P^6 d^n$	$S^2 P^6 d^{10}$	$S^2 P^6 d^{10} S^2 (S^2 P^6 d^{10})$

6-njy tablisanyň dowamy

1	2	3	4	5
Cl ⁻ (hlor-ion)			Ag ⁺ Hg ₂ ²⁺	Te, Pb ²⁺
S ²⁻ (sulfid-ion)		Mn ²⁺ , Fe ²⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺	Cu ²⁺ Zn ²⁺ Cd ²⁺ Hg ²⁺	As(III,V), Sn(II,IV), Sb(III,V) Bi ³⁺
OH ⁻ (gidroksid ion)	Al ³⁺ , Ti(IV), S ³⁺ , Jr(IV), Hf(IV)	Cr ³⁺ , Fe ³⁺		
CO ₃ ²⁻ (karbonat- ion)	Mg ²⁺ , Ca ²⁺ , Sr ²⁺ , Ba ²⁺ ,			
H ₂ O (suw)	Na ⁺ , K, Rb ⁺ , Cs ⁺			

7-nji tablisa

**Kislota-aşgar shemasy boýunca kationlaryň analitiki
toparynyň elementleriniň periodik sistemasynyň
topary bilen özara baglanyşygy**

Topar	IA, IIA, IIIA(B), IVA	VA, VIIA, VIII	I B, II B	IIIB, VB
		Elektron gurlusy		
1	2	3	4	5
Atom(to- parlaýyn reagent)	S ² P ⁶	S ² P ⁶ d ⁴	S ² P ⁶ d ¹⁰	S ² P ⁶ d ¹⁰ S ² (S ² P ⁶ d ¹⁰)
Cl ⁻ (hlor-ion)			Ag ⁺ , Hg ₂ ²⁺	Te, Pb ²⁺

7-nji tablisanyň dowamy

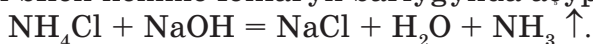
1	2	3	4	5
NH_3 (ammiak)		$\text{Co}^{2+}, \text{Ni}^{2+}$	$\text{Cu}^{2+}, \text{Zn}^{2+},$ $\text{Cd}^{2+},$ Hg^{2+}	
OH^- (gidroksid-ion)	$\text{Mg}^{2+},$ $\text{Al}^{3+},$ $\text{Se}^{3+},$ $\text{Ti(IV)},$ $\text{Jr(IV)},$ Hf(IV)	$\text{Cr}^{3+}, \text{Mn}^{2+},$ $\text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}$		Sn(II, IV) Sb(III, V) Bi^{3+}
SO_4^{2-} (sulfat-ion)	$\text{Ca}^{2+},$ $\text{Sr}^{2+},$ Ba^{2+}			Pb^{2+}
H_2O (suw)	$\text{Li}^+,$ $\text{Na}^+, \text{K},$ Rb^+, Cs^+			

Düzümlerinde N, S we O atomlaryny saklaýan organiki däl toparyň reagentleri (ammiak, kükürtwodorod, natriniň ýa-da kaliniň gidroksidleri), şu donor atomlaryny saklaýan reagentler (dimetilglioksim, ditizon, 3 oksihinolin we ş.m.) ion bilen çalşyrylsa, şol önki bölünişiň üýtgemän diýen ýaly galýandygyny belläp geçmek zerurdyr.

Bu fakt organiki däl we organiki ligandlaryň meňzeşliginiň nazaryýetiniň düýbüniň birdiginiň subutnamasy bolýar we saýlaýjy reagentleri sintezlemeklige dogry gönükdirýär.

Drob analizi. Analitiki täsirleşmeler geçirilende diňe olaryň duýgurlygy göz önünde tutulman, olaryň aýratynlygy hem göz önünde tutulmalydyr. Iony başga islendik ionlaryň barlygynda – gatnaşmagynda açyp bolýan bolsa, onda oňa berlen ionyň aýratyn – hususy täsirleşmesi diýilýär.

Meselem, ammoniý ionyny NH_4^+ asgarlary täsir etdirmek bilen hemme ionlaryň barlygynda açyp bolýar:



Ammiak gazynyn bölünip çykýandygyny onuň ysy we beýleki häsiýetleri boýunça aňsat tassyklap bolýar. Şeýlelikde, şu täsirleşme NH_4^+ iony üçin hususy-mahsus täsirleşme bolýar.

Ionlary başga ionlaryň barlygynda mahsus täsirleşmäniň kömegi bilen, erginden azrak alyp, aýratynlykda barlamak usulyna **drob analizi** diýilýär.

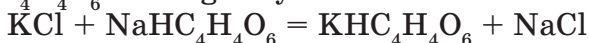
Gynansakda erginleriň garysýgynda drob analiziniň kömegi bilen diňe birnäçe kationlary (NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+}) açmak başardýar, başga kationlaryň hemmesi yzygiderli analiziň kömegi bilen açylýar.

7. KATIONLARY AÇMAKLYGYŇ TÄSIRLEŞMELERI

7.1. Kationlaryň birinji topary (kaliý, natriý, ammoniý, litiý we magniý)

Kaliý ionynyn täsirleşmeleri

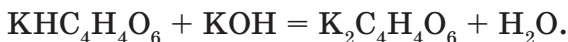
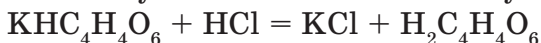
1. Natriý gidrotartraty $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ýa-da çakyr kislotasy $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ kaliý iony bilen ak kristal çökündi – $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ emele getirýär:



ýa-da



Çökündi gyzygyn suwda, asgarda we güýçli mineral kislotalarda ereýär. Ýöne uksus kislotasynda eremeýär:

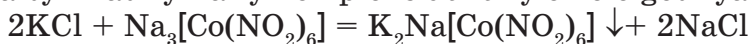


Kaliniň açylmagynyň derejesi – 1,2 mg. Ammoniý iony şu reaktiw bilen edil şunuň ýaly çökündini emele getirýändigini sebäpli kaliniň açylmagyna päsgel berýär.

Reaksiýany geçirmek. Probirka KCl ýa-da KNO_3 duzunyn ergininden 4-5 damja guýuň, şonça damja gidrotartrat ergininden goşuň. Probirkanyň içindäki ergini aýna

taýajygy bilen bulaň – ak kristal çökündi emele geler. Onuň kristal görnüşlidigine göz ýetiriň. Çökündä kislotalaryň we asgarlaryň täsirini barlaň. Onuň üçin ergini bulap, ony üç probirka bölüň. Birinjä 1-2 damja güýçli asgar, ikinjä güýçli kislota guýuň, probirkalaryň ikisinde-de çökündi ereýär. Üçünji probirka bolsa, 2 damja distillirlenen suw goşuň, aýna taýajygy bilen bulaň we suwly gapda gyzdyryň, çökündi erär.

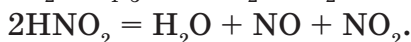
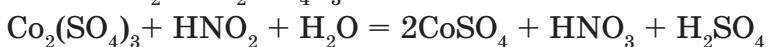
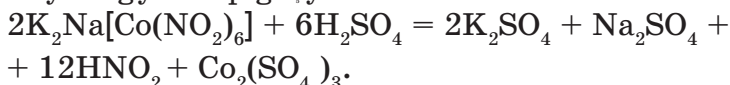
2. Natriý geksanitrokobalt (III) $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ kaliý iony bilen sary kristal çökündi $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ geksanitro (III) kobaltyň natriý-kaliý kompleks duzuny emele getirýär:



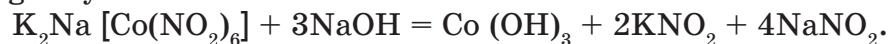
ýa-da



Täsirleşmäni geçirmek üçin $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ kompleksiň täze taýýarlanan erginini almaly, sebäbi ergin köp dursa, dargap Co^{3+} ionyny emele getirýär, ol bolsa erginiň reňkini gülgüne reňke öwürýär. Şonuň ýaly gülgüne reňke öwürülen ergin ulanmak üçin ýaramsyzdyr. Çökündi uksus kislotasynyda eremeýär, ýöne gyzdyrylanda güýçli kislotalarda eräp, azotly kislota emele getirýär. Azotly kislota aňsat dargaýar we şol wagtyň özünde Co(III) -niň tä Co(II) -ä çenli gaýtarylmagy bolup geçýär:



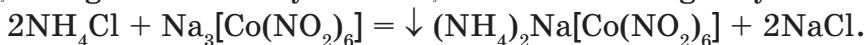
Emele gelen birleşme asgarda dargamak bilen goýy goňur reňkli çökündini, kobaltyň (III) gidroksidini emele getirýär:



Kaliniň açylmagynyň derejesi 20 mkg. Eger-de şu täsirleşmäni damja usuly bilen ýerine ýetirsek, onda açmaklygyň derejesini has-da azaltmak bolar (4 mkg-a çenli).

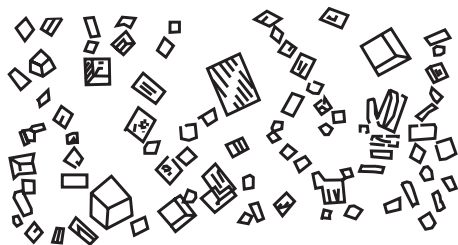
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 2-3 damja kaliý ionyny saklaýan erginiň üstüne, 2-3 damja reagent guýýarys we suw banýasynda (içi suwly gapda) azrak gyzdyrýarys.

Sary çökündi emele gelyär. Eger-de ergin güýçli tursy gursawynda bolsa, onda onuň üstüne tä $\text{pH} = 4-5$ bolýança natriý asetatyny guýmaly. Erginde NH_4^+ ionyň bolmagy şu täsirleşmäni geçirmäge päsgel berýär, sebäbi NH_4^+ iony hem şu reagent bilen sary kristal çökündini emele getirýär:



Mg^{2+} iony reagent bilen ereýän birleşmäni emele getirýänligi sebäpli kaliniň açylmagyna päsgel bermeyär. Şeýlelikde, kaliý kationyny $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ reagent bilen açmak üçin täsirleşmäni bitarap ýa-da uksustursy gursawynda geçirmeli. Erginde Mg^{2+} saklansa-da NH_4^+ ionlary saklanmaly däl. Eger-de erginde NH_4^+ ionlary bar bolsa, onda ony gyzdyrmak, bugartmak bilen erginiň düzüminden aýyrmaly.

3. $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ reaksiwi bilen mikrokristalloskopik täsirleşme. Eger-de kaliniň duzunyň erginine



2-nji surat.

$\text{K}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ kristallary

$\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ erginini täsir etdirsek, gara ýa-da goňur dörtburçluk şekilli kristallar (2-nji surat) $\text{K}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ emele geller.

Kaliniň açylmak derejesi – $0,15 \text{ mkg}$. Çökündiniň emele gelmegine NH_4^+ iony päsgel berýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Predmet

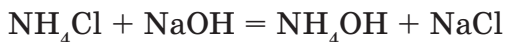
aýnasynyň üstüne bir damja kaliý ionyny saklaýan ergin damdyrylýar. Onuň gapdalynda bolsa bir damja reagentiň ergini $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ ýerleşdirilýär. Aýna taýajygynyň kömegi bilen damjalar garysdyrylýar we biraz wagt garasylýar. Soň emele gelen kristallara mikroskop astynda seredilýär.

4. Ýalnýň reňklenmegi. Kaliniň uçujy duzlary KCl , KNO_3 gaz gorelkasynyň reňksiz ýalnyny açyk mawy syýa reňke öwürýär.

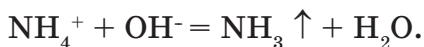
Bu tejribäni geçirmek üçin aýna taýajygyna berkidilen platinanyň uýy öwrülen simjagazyny reňksiz ýalna eltmeli. Eger simjagaz arassa bolsa, onda ýalnýň reňki üýtgemeýär. Eger-de simjagaz arassa bolmasa, onda duz kislotasyna sokup, soň ýalna tutmaly we ýalnýň reňki reňksiz bolýança simjagazy arassalamagy dowam etmeli. Arassalanan simjagazy kaliý hloridiniň erginine batyrmaly ýa-da simjagazyň ujundaky gulajyk bilen kaliý hloridiniň gury duzuny alyp, ýalna tutmaly we ýalnýň reňkiniň üýtgeýşine syn etmeli. Käwagtlar ýalnýň reňki oňat görner ýaly gök aýnanyň ýa-da ýörite taýýarlanylýan «indigo prizmasynyň» ergininiň üsti bilen seredilýär. Şonda kaliniň, natriniň bardygyny hem anyklap bolýar, sebäbi gök aýna ýa-da indigonyň ergini natriniň sary reňkini, ýagny söhlesini özüne çekip alýar. Kaliniň açylmak derejesi $0,001 \text{ mg}$ -a deňdir.

Ammoniy ionynyň täsirleşmeleri

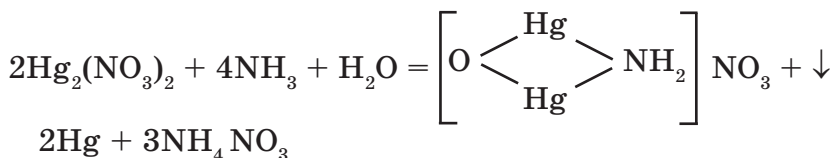
I. Kaliý (natriý) gidroksidi. Ammoniniň duzunyň erginine asgar täsir etdirip gyzdysak, ammiak gazy bölünip çykýar. Ammiak gazynyň çýkýandygyny ysy boýunça ýa-da öl indikator kagyzlarynyň (esasan hem lakmus, fenolftalein ýa-da uniwersal indikator kagyzlarynyň) kömegi bilen kesgitlemek bolýar:



ýa-da

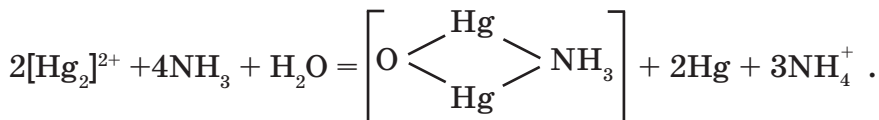


Bölünip çykýan ammiagy Hg (I) duzunyň $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ ergini siňdirilen lakmus kagzyndan geçirmek arkaly anyklap bolar:



ýa-da

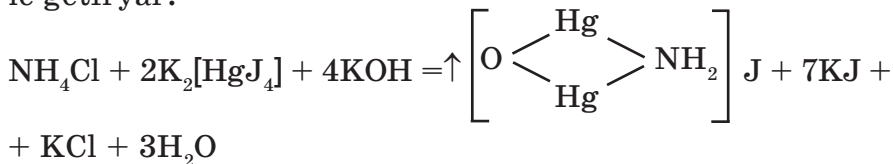
nitratoksidimerkurammoniy



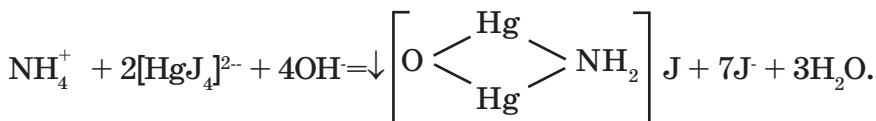
Kompleks kation $[\text{OHg}_2\text{NH}_2]^+$, NH_6^+ ionynyň iki wodorod atomynyň iki zaryadly topara çalyşmagyndan emele gelýär. Emele gelen birleşmä $[\text{OHg}_2\text{NH}_2] \text{NO}_3$ oksodimerkurammoniy diýilýär. Simabyň ýönekeý kicijik bölejikleriniň bölünip çykmagy sebäpli, kagyz gara reňke öwrülýär. Ammoniy ionynyň açylmak derejesi $-0,2 \text{ mkg}$. Ammoniy ionynyň ammiak gazynyň bölünip çykmagy boýunça açylyşy duýgur täsirleşmä degişlidir.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Ammiagyň örän az mukdaryny görmek üçin gaz kamerasy ulanylýar. Predmet aýnasynyň üstünde beýikligi we diametri 1sm bolan aýna silindri goýular. Silindriň içinde 1-2 damja ammoniy ionyny saklaýan ergin ýerleşdirilýär we onuň üstüne ýuwaslyk 1-2 damja 2 molýar NaOH ýa-da KOH ergini bilen silindriň ýokary gyrasyna degirmän damdyrylýar. Silindriň agzyna $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ -niň ergini siňdirilen süzgüç kagzy ýa-da öl indikator kagzy ýelmesdirilen aýna gapajygy ýapylýar.

2. Nesleriň reaksiwi. Nesleriň reaksiwi aşgar gursawyn-da ammoniy iony bilen goňur-mämişi reňkli çökündini emele getirýär:



ýa-da

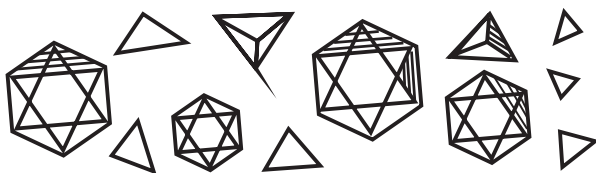


Eger-de ammoniý ionynyň goýulygy örän az bolsa, onda çökündi emele gelmän, ergin mämişi reňke öwürülýär. Ammoniniň açylmak derejesi – 0,15 mg. Munuň açylmagyna reňkli we eremesi kyn bolan gidroksidleri emele getirýän ionlar päsgel berýär. Şoňa görä-de, bu ionlary kaliniň ýa-da natriniň artykmaç erginlerini guýmak bilen çökdürýärler. Hg(II), Sb(III) we Sn(II) ionlary bolsa, ýodid iony bilen birleşip reaksiwi dargadýarlar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 1-2 damja ammoniý ionyny saklaýan erginiň üstüne, 1-2 damja Nesleriň reaktiwini guýýarys. Mämişi çökündi emele gelýär.

Natriý ionynyň täsirleşmeleri

I. Mikrokrystalloskopik täsirleşme. Natriý iony pH=7 gursawda sink ýa-da sinkuranilasetat – $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$ bilen birleşip, tetraedrik ýa-da oktaedrik şekilli sarymtyl kristaly $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_9(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ emele getirýär. $\text{M} = \text{Zn}^{2+}$ ýa-da Ni^{2+} (3-nji surat).



3-nji surat. $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_9(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ kristallary

Natriniň açylmak derejesi – 0,1 mkg. Zn^{2+} Hg(I), Ag^+ , Sb(III) ionlary şu reagent bilen çökündi berýändigini üçin Na^+ ionynyň açylmagyna päsgel berýär. PO_4^{3-} we AsO_4^{3-} anionlary sinkiň we nikeliň eremesi kyn bolan fosfatyny ýa-da ar-

senatyny emele getirmek bilen reagenti dargadýarlar. Eger-de erginde K^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Al^{3+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} ionlary 5 g/dm^3 möçberinden köp bolsa täsirleşmäniň geçmegine päsgel berýärler. Päsgel berýän ionlary erginiň düzüminde natriniň ýoklugy anyklanandan soň K_2CO_3 täsir etdirmek bilen aýyrmak bolýar.

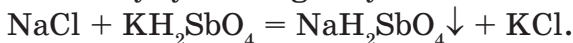
2. *Lýuminessent täsirleşmesi* sinkuranilasetat natriý iony bilen ýaşyl reňkli açyk flýuoressensiýa bermäge ukyplydyr. Eger-de natriniň mukdary 10 mkg -dan köp bolsa, onda reagent goşulandan soň derrew ýagtylanma emele gelýär. Eger-de natriniň mukdary 10 mkg -dan az bolsa, onda ýagtylanmak 1-4 minutdan soň görnüp başlanýar. Flýuoressensiýanyň emele gelmegi uranil $(UO_2)_3^{+2}$ ionynyň bolmagy bilen baglydyr we ýagtylanmanyň açyklygy, onuň agregat ýagdaýyna baglydyr. Ýagny, sinkuranilasetat suw ergininde örän gowsak flýuoressirlenýär we gaty halyna oňat görünýän açyk sarymtýk-ýaşyl flýuoressensiýa berýär. Şoňa görä-de, natriý üçin täsirleşmäni damja usuly bilen süzgüç kagzynda geçirmän, predmet aýnajygynyň üstünde geçirmek amatly bolýar. Natriniň açylmak derejesi $0,03\text{ mkg}$. Bu täsirleşme ýeterlikli saýlaýjy we duýgurdyr. Şuňa meňzes täsirleşmäni diňe litiý berýär. NH_4^+ , K^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , $Hg(II)$, Al^{3+} ionlary erginde 5 g/dm^3 möçbere çenli saklansalarda natriniň açylmagyna päsgel bermeýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Predmet aýnasynyň üstünde bir damja natriý ionyny saklaýan ergini we sinkuranilasetatyň uksus tursusynyň erginini ýerleşdirýärler. Şonuň üstünden ultramelewşe söhle (UFS-3 ýa-da UFS-6) goýberilende ýaşyl reňkli ýagtylanma görünýär.

3. *Ýalňyň reňklenmegi.* Natriniň duzy ($NaCl$) gaz ýalyny sary reňke boýaýar.

Eger-de spektroskopda dogry seredilse, onda 590 nm -däki çyzygy görmek bolýar.

4. Kaliý digidroantimonaty KH_2SbO_4 natriý kationy Na^+ kationy bilen ak kristal şekilli çökündini, natriý digidroantimonatyny emele getirýär:



Isiň ýerine ýetirilişi: Natriý duzunyň ergininden 5-6 damja alyn, sonça göwrümde kaliý digidroantimonatynyň KH_2SbO_4 ergininden goşun we probirkanyň diwaryny aýna taýajygy bilen sürtün. Şeýle edilende ak kristal şekilli natriý digidroantimonatynyň çökündisi çökýär.

Isi ýerine ýetirmeginiň şertleri:

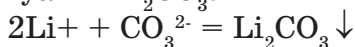
1. Natriniň ergininiň konsentrasiýasy ýeterlik ýokary bolmalydyr, eger gowsak ergin bolsa onda ony bugartmalydyr.

2. Erginiň gursawy bitarap ýa-da gowsak aşgar bolmalydyr. Kislotalar kaliý digidroantimonatyny dargadýarlar we ak reňkli amorf görnüşli çökündini, meta sürme kislotasyny HSbO_3 emele getirýärler.

Litiý ionynyň täsirleşmeleri

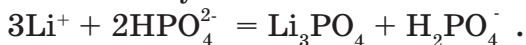
Litiniň birleşmesiniň köpüsiniň häsiýeti aşgar-ýer metallaryna meňzeşdir. Litiniň gidroksidi, fosfaty we karbonaty suwda kyn ereýändir. Litiý iony reňksizdir.

1. Aşgar metallarynyň karbonatlary litiý iony bilen gyzdyrylanda ak çökündini – litiý karbonatyny emele getirýär – Li_2CO_3 :



Çökünci mineral we uksus kislotasynda ereýär. Litiý karbonaty ergine ammoniý duzlary gatnaşanda çökünci emele getirmeyär. K^+ , Na^+ ionlary bolsa şol reaksiýanyň geçmegine päsgel bermeýärler.

2. gidrofosfaty Natriý Na_2HPO_4 bitarap ýa-da gowsak aşgar gursawda litiý iony bilen Li_3PO_4 litiý fosfatynyň ak çökündisini beryär:



Litiniň hlorid duzy awulydyr. Li^+ we Mg^{2+} ionlary natriý gidrotartraty bilen çökünci emele getirmeyär. Diýmek,

bu ionlar K^+ ionynyň $NaHC_4H_4O_6$ bilen açylmagyna päsgel bermeýärler. Natriý gidrotartratynyň ýerine çakyr kislotasyny ulanmak bolar:



I. Benzol-2'-arsono kislotasy-(1'-azo-1)-2-oksinaftalin -3,6-disulfo kislotanyň üç natrili duzy, Toron [I(2 arsonofenilazo)-2-naftal, -3,6-disulfokislota] litiý iony bilen aşgar – gursawda suwda ereýän kompleks birleşmäni $Zi : R = I:I$ gatnaşykda emele getirýär.

Toron aşgar gursawda mämişi gyzyň reňkde bolýar, toronyň litiý bilen kompleksi sary reňkli bolýar. Kompleksdäki baglanysygyň tebigaty belli däl. Emele gelen kompleks birleşme hloroform, butanol, amilasetat bilen ekstragirlenmeýär. Täsirleşmäni suw-aseton gursawynda (70% -li aseton bilen) geçirmek bolýar. Litiniň açylmak derejesi – 2 mkg. Litiniň açylmagyna K^+ , Na^+ , CO_3^{2-} , F^- , $MoSO_4^{2-}$, $C_2O_4^{2-}$ ionlary, tartrat we nitrat ionlary päsgel bermeýärler, emma Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} ionlary bolsa päsgel berýärler. Päsgel berýän kationlary EDTA-nyň kömegi bilen üstüni ýapyp (maskirowka) bolýar.

Täsirleşmäniň ýerine yetirilişi. Probirka 2 damja toron damdyrmaly, onuň üstüne 2 damja 30% -li NaOH erginini we 1 damja barlanylýan erginden goşmaly. Eger-de litiý iony bar bolsa, onda ergin sary reňke öwrülýär. Eger-de litiý iony bolmasa, onda ergin öňki gyzyň mämişi reňkinde galýar (*boş tejribe bilen deňşdirip görüň*).

Eger erginiň düzüminde päsgel berýän kationlar bar bolsa, onda täsirleşmäni şu aşakdaky ýaly geçirmeli, ýagny 4-5 damja erginiň üstüne 1-2 damja EDTA-nyň doýgun erginini, 2 damja 30 % -li NaOH erginini we 1-2 damja toronyň erginini guýmaly.

2. Lýuminessent täsirleşmesi. Litiý aşgar gursawynda 8 oksihinolin bilen gögümtil-ýaşyl reňkli flýuoressensiýa berýän birleşmäni emele getirýär. Litiniň açylmak derejesi – 0,2 mkg, erginde Na^+ , K^+ ionlarynyň 100 esseden hem köp mukdary bolsa-da litiniň açylmagyna päsgel bermeýärler.

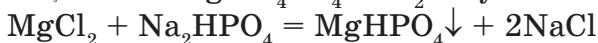
pH = 9,10 bolanynda Al^{3+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} ionlary flýuoressirleýän oksihinolinatlary emele getirýärler. Ionyň dogry açylmagy üçin bular erginiň düzüminden mümkin boldugyça aýrylmalydyr.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Süzgüç kagyzynyň üstüne bir damja litiý ionyny saklaýan ergini damdyrmaly, bir damja 2N KOH ýa-da NaOH erginini we bir damja 0,03%-li reagentiň nusga erginini goşmaly. Emele gelen tegmili howada guratmaly we ultramelewşe ýagtylykda gögümtil ýaşyl ýagtylanmanyň emele gelmegine gözegçilik etmeli.

3. Ýalnýň reňklenmegi. Litiniň uçujy duzlary (LiCl , LiNO_3) gaz gorelkasynyň ýalnyny gyzyk-karmin reňke öwürýär. Spektroskopda dogry seredilende 670 nm-däki çyzygy görmek bolýar.

Magniy ionynyň täsirleşmeleri

1. Natriý gidrofosfaty Na_2HPO_4 ammoniý iony bilen pH = 9 gursawda NH_3 ergininiň gatnaşmagynda ak kristal şekilli çökündi $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -ny emele getirýär:



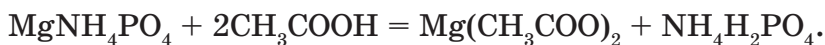
ýa-da



Güýçli aşgar gursawda täsirleşme geçirilmeli däldir, sebäbi pH > 10 bolanda $\text{Mg}(\text{OH})_2$ we $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ çökündileri emele gelmekleri mümkin. Eger analiz edýän erginimiz turşy bolsa, onda tä pH = 9-a çenli NH_3 goşmaklyk maslahat berilýär. Erginde NH_4Cl emele gelmegi sebäpli pH üýtgemän durýar.

Emele gelen çökündi güýçli kislotalarda we uksus kislotasynda ereýär:

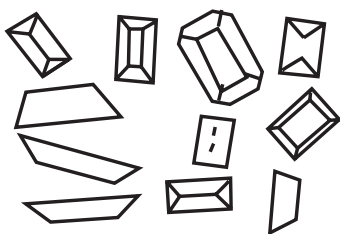




Magniniň açylmak derejesi-10mkg. Mg^{2+} ionyň açylmagyna eremesi kyn bolan fosfatlary emele getirýän ionlar päsgel berýärler. NH_4^+ , K^+ we Na^+ ionlary päsgel bermeýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 1-2 damja magniý ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja 2M HCl, I damja $\text{Na}_2\text{H}-\text{PO}_4$ erginleri guýulýar we bulamak bilen I damjadan 2M NH_3 erginini tä ammiagyň ysy emele gelyänçä ($\text{pH} = 9$ -a çenli) guýmaly. Ak kristal şekilli çökündi emele gelyär.

2. Mikrokristalloskop täsirleşme. Bu täsirleşme $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ birleşmäniň häsiýetli kristallarynyň emele gelmegine esaslanandyr. Eger haýal kristallasmaklyk geçse (magniý duzunyň gowsak ergininden), onda 4-nji suratdaky ýaly görnüşli kristallar emele geler:



4-nji surat. $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kristallary



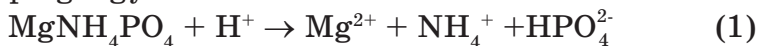
5-nji surat

Eger-de tiz kristallasmaklyk geçse (magniý duzunyň konsentrasiýasyny köpräk saklaýan ýa-da özünde köp mukdarda NH_4^+ ionyny saklaýan ergin bolsa), onda ýyldyz şekilli ýa-da agaç görnüşli kristallar (5-nji surat) emele gelyär. Magniniň açylmak derejesi – 0,6 mkg.

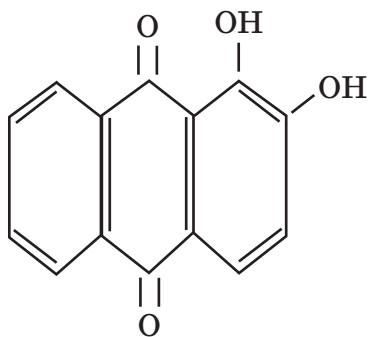
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Predmet aýnasynyň üstünde bir damja magniý ionyny saklaýan ergin ýerleşdirilýär, gapdalynda bolsa reagentiň ergininden bir damja ergine natriý gidrofosfatynyň kristaly NH_4Cl , NH_3 , Na_2HPO_4 maddalarynyň garyndysyndan alnyp ýerleşdirilýär. Pred-

met aýnasyny suwly banýanyň gapagynyň üstünde seresaplylyk bilen gyzdyrmaly. Şonda altyburçly ýýldyz şekilli kristallar emele geler. Aýna taýajygynyň kömegi bilen damjalar birleşdirilýär. Emele gelen kristallar mikroskop astynda seredilýär.

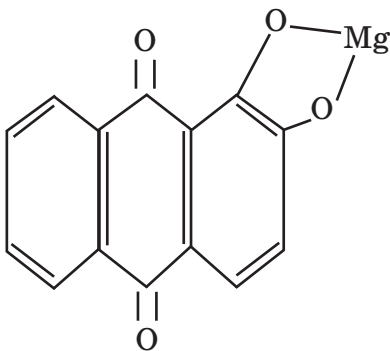
Emele gelen çökündi MgNH_4PO_4 kislotalarda ereýär. Reaksiýa gowsak elektrolitleriň emele gelyän tarapyna, ýagny, gidrofosfat H_2PO_4^- we digidrofosfat HPO_4^{2-} ionlara tarap ugrugýar:



3. Hinalizarin (I, 2 – tetraoksiantrahinon) I aşgar gursawynda magniý iony bilen gök reňkli eremesi kyn bolan birleşmäni emele getirýär. Ony şeýle gurluş bilen şekillendirýärler:



I



II

Magniý gidroksidiniň organiki reňkleýjileri özüne sorup almak häsiýeti bardyr. Emele gelen, ýagny $\text{Mg}(\text{OH})_2$ tarapyndan özüne sorulan reňkleýjileriň reňkleri, onuň erindäki reňkinden tapawutlanýar. Emele gelen hinalizarin (dyrnaga çalyňýan lak,) magniý gidroksidiniň sorup alan birleşmesi diýlip çak edilýär. Baglanysyklaryň tebigaty

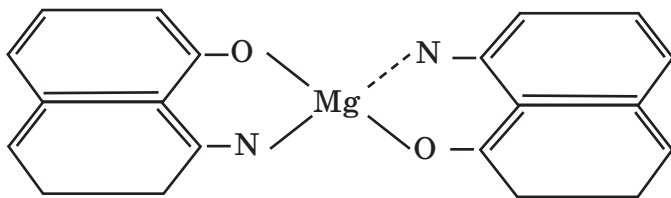
birleşmede doly takykklananyň däldir. Şeýle-de bolsa helatlaryň üýtgäp durýan düzümi emele gelýär diýlip çaklanylýar. Magniniň açylmak derejesi – 5 mkg. Mg^{2+} ionyny açmaklyga aşgar-ýer metallary päsgel bermeýärler. Erginde ýeterlikli köp mukdarda aşgar bolan wagtynda alýuminiý iony hem päsgel bermeýär.

Ammoniý iony magniý ionynyň açylmagyna päsgel berýär, sebäbi magniniň gidroksidi ammoniý ionynyň barlygynda emele gelmeýär. Aşgar gursawynda reagentiň reňkini syýa reňk bilen reňklendirýär, soňa görä-de, ýalňyşmazlyk üçin boş tejribe (reňklerini deňeşdirmek üçin) hem geçirmeli bolýar.

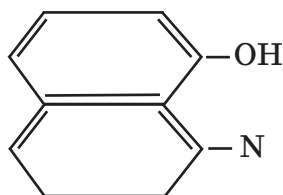
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 1-2 damja magniý ionyny saklaýan erginiň üstüne I damja hinalizariniň erginini we 2 damja 30%-li NaOH erginini guýýarlar. Gök reňkli çökündi emele gelýär. Boş tejribäni geçirmek üçin 1-2 damja suwuň üstüne 1 damja hinalizariniň erginini, 2 damja NaOH erginini guýýarys. Ergin syýa reňke öwrülýär.

4. Ortooksihinolin – C_9H_6NOH ammiak gursawynda (pH 0,5-den 12,7-ä çenli) magniý Mg^{2+} ionlary bilen ýaşylymtyk-sary kristal şekilli çökündini emele getirýär. Ol magniý oksihinoliýatynyň (magniý oksinatynyň) içki kompleks duzudyr.

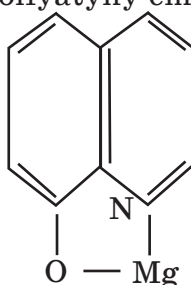
$Mg^{2+} + 2C_9H_6NOH + 2NH_4OH = Mg(C_9H_6NO)_2 \cdot 2H_2O + 2NH_4^+$
duzuň struktura formulasyny şeýle ýazmak bolar:



Orta – oksihinoliniň struktura formulasy bolsa şeýle ýazylyýar:



5. *Lýuminessent* täsirleşmesinde magniý iony $\text{pH}=9-12$ gursawda 8 oksihinolin bilen ýaşyl reňk berýän flýuoressirlenýän magniý oksihinoliýatyny emele getirýär:



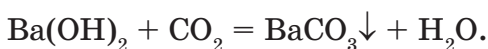
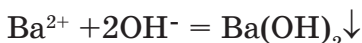
Şu täsirleşmede magniniň açylmak derejesi $-0,025 \text{ mkg}$. Eger-de ol nokatdaky magniý oksihinoliýatyny NH_3 ergini bilen işleseň ýagtylanmaklyk has-da köpeliýär. Al^{3+} , Zn^{2+} ionlary magniniň açylmagyna päsgel berýärler. Ammiak gursawynda ($\text{pH}=9,4$) magniý oksihinoliýaty metilizobutylketon bilen ekstragirlenýär. Eger ultramelewşe şöhle bilen ýagtylandyrsaň, ekstrakt flýuoressirlenýär we gök reňk berýär. Zn^{2+} ionynyň päsgel bermegi sink oksihinoliýatynyň hem şol ýagdaýda ekstragirlenýändigini düşündirýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Süzgüç kagyzyň üstüne bir damja magniý ionyny saklaýan ergini bilen bir damja reagentiň etalon erginini damdyrmaly. Emele gelen magniý oksihinoliýatyny 10%-li ammiak ergini bilen işlemeli. Ol nokada ultramelewşe şöhlede seredilende ýaşyl reňkli ýagtylanma emele gelýär.

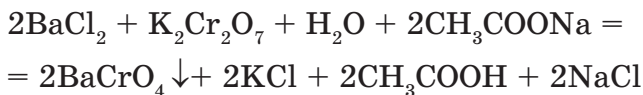
7.2. Kationlaryň ikinji topary (bariý, stronsiý, kalsiý kationlary)

Bariý ionynyň täsirleşmeleri

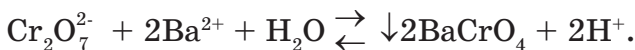
Iýiji aşgarlar KOH we NaOH kalsiý, bariý we stronsiý duzlarynyň konsentrlenen ak amorf şekilli çökündilerini – gidroksidlerini emele getirýärler. Şol wagtyň özünde gidroksidler bilen bir hatarda bariý, kalsiý we stronsiý karbonatlary hem çökýärler:



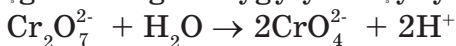
1. Kalsiý dihidromaty $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ asetat bufer ergininde bariý iony bilen sary kristal çökündi emele getirýär:



ýa-da



Täsirleşmäniň netijesinde BaCrO_4 çökündisi emele gelmän BaCrO_4 çökündisi emele gelýär. Bu ýagdaýy şeýle düşündirmek bolar. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ionyny saklaýan erginde kislotaslaşma-deňagramlygy ýüze çykýar:



$$K_a = \frac{[\text{CrO}_4^{2-}]^2 \cdot [\text{H}^+]^2}{[\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}]} = 7,9 \cdot 10^{-13}$$

pH 2,5 gursawly erginde CrO_4^{2-} ionyň konsentrasiýasy bariý ionyny BaCrO_4 görnüşde çökdürmäge ýeterlikli we onuň ereýjiliginin pes bolmagy sebäpli ionlaryň ereýjiliginin köpeltmek hasylyndan ön ýetişýär, soňa görä-de, çökündi BaCrO_4 görnüşinde çökýär. Çökündi güýçli kislotalarda ereýär,

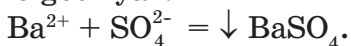
emma, uksus kislotasynda eremeýär. $EKH \rightarrow$ ereýjiligiň köpeltmek hasyly.



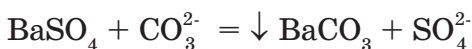
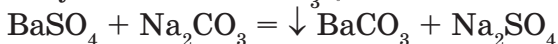
Bariniň açylmak derejesi $-0,15 \text{ mkg}$. Bariniň açylmagyna Hg (I, II), Ag^+ , Pb^{2+} , Bi^{3+} we Fe^{3+} ionlary päsgel berýärler, sebäbi bular hem reňkli hromatlary emele getirýärler. $pH < 7$ gursawda Ca^{2+} we Sr^{2+} ionlary $K_2Cr_2O_7$ bilen çökündi emele getirmeýärler we bariniň açylmagyna päsgel bermeyärler. Şonuň üçin bu täsirleşme diňe barini açmak üçin däl-de, ony stronsiden we kalsiden bölüp aýyrmak üçin hem ulanylýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Ba^{2+} ionyny saklaýan erginiň 4-5 damjasyna 1-2 damja natriý asetatynyň erginini we 1-2 damja kaliý dihromatynyň erginini guýýarlar. Probirkany içi suwly gapda gyzdyrýarlar. Bariniň hromatynyň sary çökündisi emele gelýär.

2. Kükürt kislotasy we onuň ereýji duzlary ($CaSO_4$ – gips suwunyň doýan ergini) bariý iony bilen ak kristal çökündini ($BaSO_4$), stronsiden tapawutlykda ýüzüniň ugruna emele getirýär:



Çökündi gowsadylan güýçli kislotalarda eremeýär. Onuň ereýjiligi HSO_4^- -üň emele gelmegi sebäpli, güýçli kükürt kislotasynda has-da azalýar. $BaSO_4$ çökündisini eretmek üçin ony ilki bilen $BaCO_3$ çökündisine öwürýärler:



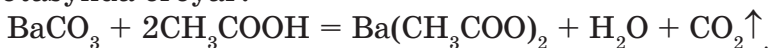
$BaSO_4$ -i $BaCO_3$ -e öwürmek üçin aşakdaky şert ýerine ýetirilmelidir:

$$\frac{EKH_{BaSO_4}}{[SO_4^{2-}]}, \frac{EKH_{BaCO_3}}{[CO_3^{2-}]}$$

ýa-da

$$\frac{[\text{CO}_3^{2-}]}{[\text{SO}_4^{2-}]} > \frac{\text{EKH}_{\text{BaCO}_3}}{\text{EKH}_{\text{BaSO}_4}} > \frac{5,1 \cdot 10^{-9}}{1,1 \cdot 10^{-10}} > 50.$$

Diýmek, BaSO_4 -üň BaCO_3 -e geçmegi üçin $[\text{CO}_3^{2-}]$ goýulygy $[\text{SO}_4^{2-}]$ konsentrasýasyndan 50 esse köp bolmalydyr. BaSO_4 -i BaCO_3 -e geçmegini doly gazanmak üçin BaSO_4 çökündisini birnäçe gezek natriý karbonatynyň doýgun ergini bilen işlemeli we her sapar işlenenden soň täsirleşmäniň yzyna gaýdýanlygy sebäpli çökündiniň üstündäki ergini bir gaba guýup aýyrmaly. Emele gelen bariý karbonaty bolsa, uksus kislotasynda ereýär:



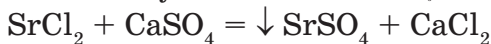
Bariniň açylmak derejesi $-0,03 \text{ mkg}$. Bu täsirleşmäniň geçmegine eremesi kyn bolan sulfatlary emele getirýän Pb^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} ionlary päsgel berýärler. BaSO_4 -i, PbSO_4 -den bölüp aýyrmak üçin çökündini artykmaç alnan natriý gidroksidi bilen işlemeli, şonda PbSO_4 -üň, Pb -a ($\text{PbO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) öwrülýändigine görä ereýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1-2 damja bariý ionyny saklaýan erginiň üstüne 1-2 damja 2M H_2SO_4 ýa-da aşgar metallaryň sulfatlarynyň erginini guýýarlar, ak kristal çökündisi emele gelýär.

3. Ýalňy reňklemegi. Bariniň uçujy duzlary (BaCl_2 , $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) gaz gorelkasynyň ýalnyny sarymtyl-ýaşyl reňke öwürýär. Spektroskopda dogry seredilende ýaşyl topar zolaklar 510-560 nm aralygynda görünýär.

Stronsiniň ionynyň täsirleşmeleri

1. Gips suwy ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -ni suwdaky doýgun ergini) stronsiniň iony bilen ak kristal çökündini emele getirýär:



SO_4^{2-} ionynyň konsentrasýasy kalsiý sulfatynyň doýgun ergininde köp däl ($\sim 4,4 \cdot 10^{-2} \text{ m}$), şoňa görä-de, çökdi şol bada emele gelmeýär we emele gelen çökündi köp

bolmaýar. Ergin azajyk bulançak halda bolýar. Gyzyrmaklyk stronsiý sulfatynyň emele gelmegini tizleşdirýär. Täsirleşmäniň geçmegine bariý we gursun ionlary päsgel berýärler, sebäbi olar gyzydrylmanka gips suwy bilen ak çökündi (sulfatlary) emele getirýärler. PbSO_4 -i aşgarda eretmek bilen Pb^{2+} ionynyň päsgel bermegini aýryp bolýar.

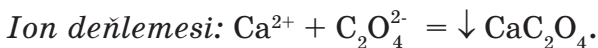
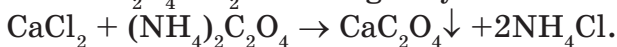
Sr^{2+} ionyny SO_4^{2-} -iony bilen açmaklyga Ba^{2+} iony päsgel berýär. Onuň päsgelçilik täsirini aýyrmak üçin EDTA bilen gizlenilýär (maskirowat edilýär). $\text{pH} = 4,5$ gursawda stronsiniň sulfaty 5%-li EDTA ergininde ereýär, emma şu ýagdaýda BaSO_4 eremeýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: Birnäçe damja stronsiý ionyny saklaýan erginiň üstüne, deň mukdarda gips suwuny guýýarlar we aýna taýajygy bilen probirkanyň diwaryna sürtmek bilen 10 minut suw banýasynda gyzydryýarlar. Bulanmaklyk emele gelýär.

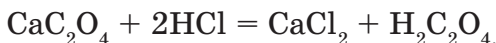
2. Ýalňyň reňklenmegi. Stronsiniň uçujy duzlary (SrCl_3 , $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) gaz gorelkasynyň reňksiz ýalňyny karmin gyzyr reňke öwürýär. Spektroskopda dogry seredilende 605 nm çäklerinde mämişi çyzyk emele gelýär, 655-688 nm çäklerinde bolsa, çyzyklar toplumyny berýär.

Kalsiý ionynyň täsirleşmeleri

1. Ammoniy oksalaty $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ we şawel kislotasynyň beýleki ereýji duzlary kalsiý iony bilen ak kristal çökündini $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ emele getirýär:



Çökündi güýçli kislotalarda ereýär, emma, uksus kislotasynda eremeýär:



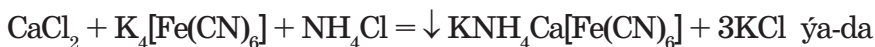
Kalsiniň açylmaklyk derejesi – 20 mkg. $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ bilen menzes çökündini berýän Ba^{2+} we Sr^{2+} ionlary Ca^{2+} ionynyň açylmagyna päsgel berýär. BaC_2O_4 we SrC_2O_4 çökündileriniň

Ca C₂O₄-den tapawudy bularyň uksus kislotasynda eremegidir:



Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 2-3 damja kalsiý ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja reagentiň erginini guýmaly. Ak kristal çökündi emele gelýär.

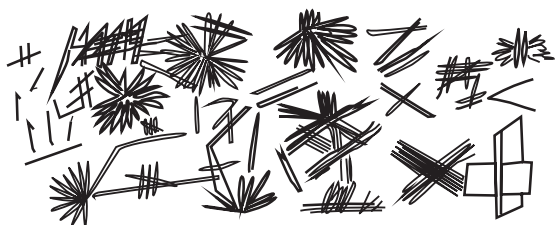
2. Kaliý geksasianoferraty K₄[Fe(CN)₆] pH > 7 gursawynda NH₄Cl-iň gatnaşmagynda kalsiý iony bilen ak kristal çökündini Kn(NH₄)mCa – [Fe(CN)₆] emele getirýär. Täsirleşmäniň geçiş ýagdaýyna görä n-iň we m-iň bahalary noldan tä 2-ä çenli üýtgemegi mümkin:



Kalsiniň açylmak derejesi – 50 mkg. Çökündi uksus kislotasynda eremeyär. Bu ýagdaý bolsa SrCO₃-den tapawutlandyrmaga kömek edýär, sebäbi aşgar gursawynda iony bolan erginleriň hem şunuň ýaly çökündini bermegi mümkin. Ba we Mg ionlary kalsiniň açylmagyna päsgel berýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Sagat aýnajygynyň üstünde Ca²⁺ ionyny saklaýan erginiň damjasy bilen 2-3 damja reagentiň erginini garyşdyrýarlar. Ondan soň onuň üstüne 1-2 damja NH₄Cl erginini, 1-2 damja etanoly guýýarlar we ýene garyşdyrýarlar. Erginiň bulanmagy ýa-da ak kristal çökündiniň emele gelmegi kalsiniň bardygyny görkezýär. Şu täsirleşmäni geçirmek üçin gara plastinkany almak ýa-da sagat aýnajygyny gara kagyzyň üstünde ýerleşdirmek amatlydyr.

3. Mikrokrystalloskopik täsirleşme iňňe şekilli kalsiý sulfatynyň kristallarynyň emele gelmegine esaslanandyr. CaSO₄ · 2H₂O (6-njy surat).



6-njy surat. Gowsadylan erginde
emele gelen $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kristallary

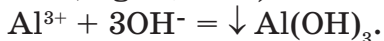
Kalsiniň açylmak derejesi – 1mkg. Erginde Pb, Ba, Sr ionlary kalsiden 10 esse köp bolsa, onda olar kalsiniň açylmagyna päsgel berýärler.

4. Ýalňyň reňklenmegi. Kalsiniň uçujy duzlary (CaCl_2 , $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ gaz gorelkasynyň ýalnyny gyzyň kerpiç reňke öwürýär. Spektroskopda dogry seredilende 554 nm çäklerinde gyzyň zolagy görmek bolýar.

7.3. Kationlaryň üçünji topary (Alýuminiý, hrom (III), demir (III), demir (II), marganes, sink, kobalt, nikel)

Alýuminiý ionynyň täsirleşmeleri

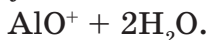
1. Alýuminiý D. I. Mendeleýewiň periodik sistemasynda üçünji kiçi periodyň başynda ýerleşýär. Natriniň, kaliniň gidroksidleri we ammiak, alýuminiý iony bilen ak amorf çökündini – alýuminiý gidroksidini emele getirýärler (pH=4-7,8 gursawda) :



Alýuminiý gidroksidi aşgarlar bilen täsirleşende metaalýuminiý kislotasyny emele getirýär:

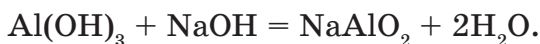
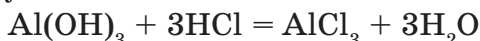


ýa-da

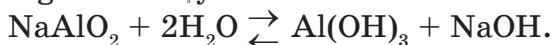


$\text{Al}(\text{OH})_3$ amfoter häsiýeti ýüze çykarýar. Oňa göz ýetir-

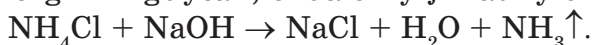
mek üçin çökündini iki bölege bölýärler we olaryň biriniň üstüne duz kislotasyny, beýlekisine bolsa iýiji natrini guýýarlar:



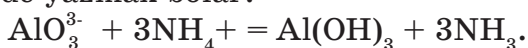
Bu iki ýagdaýda-da çökündi ereýär. Natriý alýuminaty aňsat gidrolizleşýär:



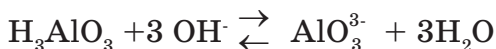
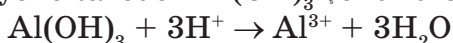
Eger-de probirkanyň üstüne ammoniý hloridiniň doýgun erginini guýsak, onda ol iýiji natriý bilen birleşýär:



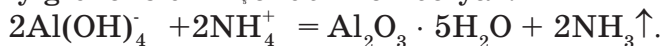
Alýuminiý ionynyň täsirleşmesini başgaça şeýle görnüşde ýazmak bolar:



Şu sebäpli gidroliziň deňagramlygy saga tarap süýşýär we ýene täzedan Al(OH)_3 çökündisi emele gelýär:



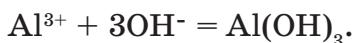
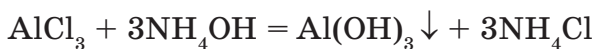
Şu görkezilen täsirleşme alýuminiý gidroksidiniň emele gelşiniň sadaja shemasydyr. Gowsak kislota gursawynda, esasan, $[\text{Al}_4(\text{H}_2\text{O})_4]^{3+}$ we $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ görnüşde bolýar. $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ pH = 5 gursawda doly çökýär, pH > 10 gursawda eremek bilen gidroksokompleks emele getirýär. Ýokarda aýdylyşy ýaly NH_4Cl guýmak bilen pH gursawy peseltmek we alýuminiý gidroksidini çökdürmek bolýar:



Ftorid, oksalat we tartrat ionlarynyň barlygynda alýuminiý gidroksidini çökdürmek bolmaýar, sebäbi olar durnukly kompleksleri emele getirýär.

NH_4OH hem edil aşgarlar ýaly alýuminiý ionyny alýuminiý gidroksidi Al(OH)_3 görnüşinde çökdürýär. Al(OH)_3 -üň ereýjilik derejesi (EKH) pes bolany üçin ammoniý duzlarynda eremeýär. NH_4OH we NH_4Cl garyşdyrylanda sinkiň ionynyň Zn^{2+} bar bolan ýagdaýynda alýuminini aç-

mak bolýar, sebäbi bu ýagdaýda sinkiň gidroksidi emele gelmeýär. Eger erginde alýumininiň iony AlO^{2-} görnüşde bolsa, onda oňa NH_4OH guýmazdan öňürti ony kislota täsir etmek bilen Al^{3+} görnüşe geçirmeli:



Cr^{3+} , Fe (III) ionlary alýumininiň açylmagyna päsgel berýärler, sebäbi olar hem NH_4OH bilen $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ çökündilerini emele getirýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 3-4 damja alýuminiý ionyny saklaýan erginiň üstüne ýuwaşjadan damja bilen 2M aşgarnyň erginini tä ak çökündi (alýumininiň gidroksidi) emele gelyänçä guýýarlar. Eger-de köp aşgar guýsak çökündi erär. Gaty NH_4Cl goşup gyzdysak, onda täzeden ýene alýuminiý gidroksidiniň çökündisi emele geler.

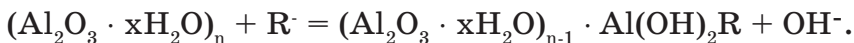
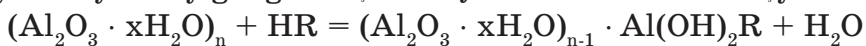
2. Alýuminon alýumininiň iony bilen gyzyly reňkli kompleks emele getirýär. Onuň gurluşy aşakdaky ýalydyr diýip çak edilýär:

Emele gelen kompleks birleşme ammiagyn ýa-da ammoniý karbonatynyň täsir etmeginde dargamaýar. Alýumininiň açylmak derejesi – 2 mkg. Fosfat, oksalat we ftorid ionlaryň açylmak derejesini ýokarlandyrýar. Fe^{3+} -ionynyň päsgel berijiligini aýyrmak üçin, ony $\text{Fe}(\text{CNS})_3$ kompleksi görnüşinde ekstragirleýärler. Ergindäki Cr^{3+} -ionynyň ýa-da kalsiniň alýuminon bilen emele getiren laklaryny ammiagyn ýa-da ammoniý karbonatynyň kömegi bilen dargatmak bolýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 2-3 damja alýuminiý ionyny saklaýan erginiň üstüne 1-2 damja alýuminonyň erginini goşmaly we içi suwly gapda gyzdymaly. Soň ammiagyn erginine tä ammiagyn ysy çykýança 2-3 damja ammoniniň karbonatynyň erginini guýmaly. Gyzyly reňkdäki alýuminiý lagynyň topbaplary emele gelyär.

3. Alizarin alýuminiý iony bilen aşgar gursawynda aýyk gyzyly reňkli çökündini (lak) emele getirýär.

Emele gelen çökündi alýuminiý gidroksidiniň we alizariniň adsorbirlenen birleşmesidir. Bu birleşme himiki adsorbsiýanyň netijesinde emele gelýär, ýagny alizarin ýa-da onuň aniony alýuminiý iony bilen alýuminiý gidroksidiniň ýokarsyndaky gel görnüşli bölejikleriň üstüne birleşýärler:



gel

lak

Bu birleşme aýratyn faza hökmünde AlR_3 -üň emele gelmegine getirýär. Ammoniy iony alizarini birleşdirip, gel bölejikleriniň düzüminde galýar.

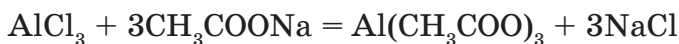
Demir, hrom, marganes alýumininiň açylmagyna päsgel berýärler, sebäbi olar hem alizarin bilen reňkli lagy emele getirýärler. Bularyň emele gelmegine päsgel bermez ýaly (II) kaliý geksasianoferratyny ulanýarlar. Demir, hrom we marganes ionlary suwda eremeýän geksasianoferraty emele getirip, alýumininiň açylmagyna päsgel bermeýärler. Alýuminiý ionynyň açmaklygyň täsirleşmesini probirkada ýa-da damja usuly bilen geçirmek bolar. Eger täsirleşmäni damja usuly bilen geçirsek alýumininiň açylmak derejesi – 0,15 *mkge*-e deňdir.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. I. Süzgüç kagyzyňyň üstüne bir damja $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ erginini ýerleşdirýärler. Damjanyň merkezine alýuminiý ionyny saklaýan erginden damdyrýarlar. Soňra damja reagentiň erginini damdyryp, tegmili gaz halyndaky ammiak bilen işleýärler. Munuň üçin süzgüç kagyzyňy güýçli ammiak erginini saklaýan çüýşäniň agzyna tutýarlar. Syýa reňkli tegmil emele gelýär. Soňra ony 1 M CH_3COOH ergini bilen işleýärler. Reagentiň syýa reňki sary reňke öwrülýär we gyzyly reňkli alýuminiý lagynyň emele gelsine gözegçilik etmek bolýar.

Probirkada 1-2 damja alýuminiý ionyny saklaýan kislota gursawly ergine 2-3 damja analiz edilýän ergine damdyr-

ýarlar. Onuň üstüne bolsa tä gowşak kislota gursawyna ýetýänçä gaty natriý asetatyny guýýarlar. Gyzyl topbak şekilli çökündi emele gelýär.

4. Natriý asetaty CH_3COONa alýuminiý iony bilen ak topbak şekilli çökündini (esas duzy) emele getirýär:



Alýuminiý asetatynyň $\text{Al}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ erginini haýaljak-dan gaýnatsak, onda onuň gidrolizi has-da çaltlaşýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Probirkada 3-4 damja alýuminiý ionyny saklaýan erginiň üstüne 4-5 damja natriý asetatyny guýmaly we gyzdyrmaly. Ak topbak şekilli çökündiniň emele gelsine syn etmeli. Demriň (III) iony natriý asetaty bilen goňur çökündini $\text{Fe}(\text{OH})_2\text{CH}_3\text{COO}$ emele getirýär. Üçünji toparyň başga kationlary natriý asetaty bilen çökündi emele getirmeýär.

5. Gury usul bilen Al^{3+} kationyna reaksiýa.

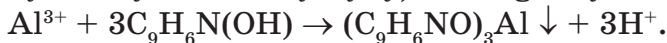
Gaty gowşadylan kobalt nitratynyň ergini $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ Al^{3+} kationy bilen kobalt alýuminatyny $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2$ emele getirýär. Birleşme gök reňkde bolup, tenar gök ady bilen tanalýar:



Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Farfor jamjagazynda süzgüç kagyzynyň bölegini analiz edilýän erginde we azot kislotasynyň gowşadylan ergininde öllemeli. Soňra gorelkanynyň ýokarsyndaky ýyly howanyň howruna tutmaly hem-de (0,05n) kobalt nitratynyň erginine batyryp, soňra ony ýakmaly. Erginde Al^{3+} kationynyň barlygynda goýy gök reňkli kül emele gelýär. Şu täsirleşmäni geçirmekde Zn^{2+} , Cr^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} kationlary päsgel berýärler.

6. 8-oksihinolin $C_9H_6N(OH)$ bilen reaksiýa.

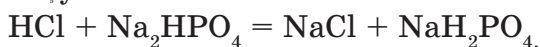
Su reaksiýada Mg^{2+} ionyndan tapawutlylykda alýuminiý $C_9H_6N(OH)$ bilen $pH=5$ -de ýasylymytyl sary kristal çökündini (alýuminiý oksihinolýatyny) emele getirýär:



7. Natriý gidrofosfaty – alýuminiý ionlary bilen täsirleşip mineral kislotalarynda ereýän, ýöne uksus kislotasynda eremeýän ak çökündini emele getirýär:



Emele gelen duz kislotasy reaktiwiň artykmajy bilen täsirleşýär:



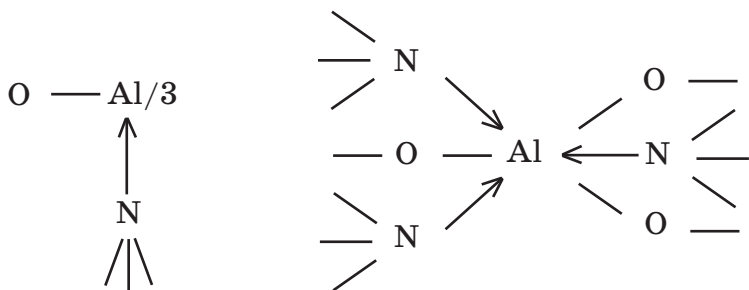
Netijede, erginde bufer ergini emele gelyär. $pH=7$ -de $AlPO_4$ doly çökýär.

Reaksiýany asetat bufer gurşawynda geçirýärler.

8. Natriý asetaty – CH_3COONa uksustursynatriý Al^{3+} iony bilen sowukda gowsak kislotanyň we gowsak esasyň orta ereýji duzuny $Al(CH_3COO)_3$ emele getirýär. Ol aňsat gidrolizleşýär, gaýnadylanda bolsa uly göwrümde çöküdi – alýuminiý asetatyny emele getirýär.



9. Lýuminessent täsirleşmesi. Oksihinolin $pH=4,5-10$ aralygynda alýuminiý iony bilen aşakdaky ýaly gurluşda kompleks birleşigini emele getirýär:



ýa-da

Al^{3+} kationynyň *o*-oksihinolin bilen birleşmesi.

Alýuminiý oksihinoliýaty suwda az ereýär we organiki eredijilerde (hloroformda, dörtlörly uglerodda, spirtlerde, ketonlarda) oňat ekstragirleşýär. Ekstraktlar ýasyl şöhle bilen degişli flýuoressensiýany beryär. Alýuminiý oksihinoliýatynyň şöhlelenmegi ekstragirilenmese hem görünýär. Ýöne bu ýagdaýda flýuoressent täsirleşmesini damja usuly boýunça süzgüç kagyzynyň üstünde geçirmeli. Alýumininiň açylmak derejesi $-0,008 \text{ mkg}$. Eger-de alýuminiý oksihinolinatyny hloroform bilen ekstragirlese, onda onuň açylmak derejesi $-0,004 \text{ mkg}$ -a deň bolar. Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Zr (IV), Sn (II) ionlarynyň oksihinoliýatlary hem flýuoressirleşip, päsgel berýärler. Ni^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} ionlarynyň mukdary alýuminiý oksihinoliýatyndan 100 esse köp bolsa, onda olar şöhlelenmäni öwürýärler. Eger-de alýuminiý oksihinoliýatynyň ekstraksiýasyny $\text{pH}=9$ -da täsirleşmäniň geçmegine päsgel berýän maddalaryň (çakyr kislotasynyň, kaliý sianidiniň, wodorod peroksidiniň we başgalaryň) bar bolan ýagdaýynda geçirilse, onda alýuminini başga-da köp kationlardan bölüp aýyrmak mümkin we ondan soň ony oksihinoliýat görnüşinde şöhlelendirmek bolýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1. Süzgüç kagyzynyň üstüne alýuminiý ionyny saklaýan erginden bir damja ýerleşdirýärler. Onuň üstüne bir damja asetat bufer erginini ($\text{pH}=6,5-9,5$) we 1damja oksihinoliniň etanoldaky $0,03\%$ -li erginini guýýarlar. Eger-de ergininde alýuminiý bar bolsa, onda ol tegmilde ultramelewşe şöhlede ýasyl ýagtylanmaklyk peýda bolar.

2. Probirka 2-5 damja alýumininiň duzuny guýýarlar, onuň üstüne asetat bufer erginini $\text{pH}=6,5-9$ -a çenli goşýarlar soňra 5-6 damja oksihinoliniň hloroformdaky 1% -li erginini guýýarlar we probirkany dyky bilen ýapýarlar. 1-2 minutyň dowamynda ekstragirleşýärler. Ultramelewşe şöhlesinde organiki fazanyň ýasyl ýagtylanmasyna gözegçilik edýärler.

Hrom (Cr(III)) ionynyň täsirleşmeleri

1. *Wodorodyň peroksidi* H_2O_2 asgar gursawda Cr (III)-ni tä Cr (VI)-a çenli okislendirýär:



ýa-da



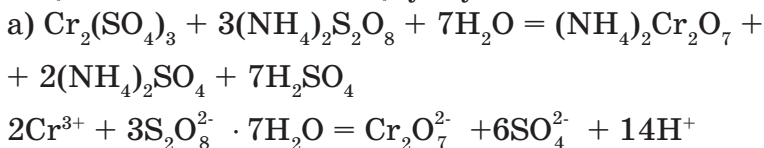
ýa-da



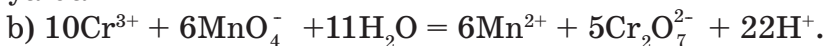
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 2-3 damja hrom (III) ionyny saklaýan erginiň üstüne damja bilen 2M NaOH erginini guýýarys. Ilki bilen hromuň gidroksidiniň çökündisi emele gelyär. Guýmagymyzy tä emele gelen çökündi ereýänçä dowam etdirýäris, ýagny CrO_2^- ýa-da gidroksokompleks emele gelyänçä dowam etdirýäris. Ondan soň onuň üstüne 1 damja 30% -li Na_2O_2 ýa-da 6-8 damja 3% -li wodorodyň peroksidiniň erginini guýup gyzdyrýarys. Hromatyň sary reňkli ergini emele gelyär. Alnan erginiň bir bölegine sowadylandan soň 1 damja 3% -li wodorodyň peroksidiniň erginini, birnäçe damja efir ýa-da spirt we çaykap üstüne damjalamak bilen kükürt kislotasynyň (1:4) erginini guýýarys. Emele gelen hrom peroksidiniň birleşmesi efir bilen ekstragirlenýär. Efiriň ýa-da spirtiň gatlagyny gök reňke öwürýär.

Natriý hromatynyň sary reňkdäki ergini emele gelyär. Şeýlelikde, asgar gursawynda CrO_4^{2-} , kislota gursawynda bolsa $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ iony emele gelyär. Yzygiderli analiziň gididişi Cr(III) wodorodyň peroksidi bilen okislenmesini asgar gursawynda geçirmeklige esaslanandyr. Hrom (IV)-ni Cr (VI)-a çenli okislendirmek üçin wodorodyň peroksidinden başga-da Na_2O_2 , Cl_2 , Br_2 , KMnO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ýaly okislendirijileri ulanmak bolar. Cr^{3+} kationynyň dihroma-

ta $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ çenli okislenmegi üçin kislota gursawynda, köplenç, güýçli $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, KMnO_4 okislendirijiler ulanylýar. Täsirleşmeleriniň deňlemesini şeýle ýazmak bolar:



ýa-da



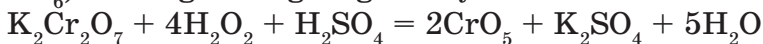
Reaksiýany geçirmeginiň şertleri:

1. Reaksiýa ýeterlik tursy gursawda ($\text{pH}=1-2$) geçirilmelidir.

2. Gyzdyrmak täsirleşmäni tizleşdirýär.

3. Gaýtaryjy-dikeldiji ionlar reaksiýanyň geçmegine päsgel berýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Probirka 5-6 damja ammoniý persulfatynyň $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ergininden alyň, oňa kükürt kislotasynyň 2n ergininden bir damja we katalizator – hökmünde kümüş nitratynyň – (AgNO_3) ergininden bir damja goşuň. Soňra 2-3 damja hrom sulfatynyň $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ ergininden ýa-da hrom nitratynyň ergininden goşmaly. Probirkany suwly gapda gyzdyryň, ergin gyzdyrylandan soň mämişi reňk alýar we $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ anionynyň emele gelendigini görkezýär. Eger bu ergini sowadyp, oňa 2-3 damja wodorod peroksidinden (H_2O_2) we efiriň izoamil spirti bilen garysýgyndan çalt çäýkap guýulsa, onda ýokarky gatlak – efiriň izoamil spirti bilen garysýgy gök reňke boýalýar. Bu bolsa hrom peroksidiniň (CrO_5) ýa-da hromüsti kislotasynyň (H_2CrO_6) emele gelendigini görkezýär:



ýa-da



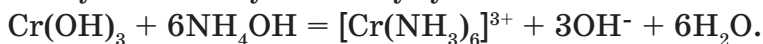
Hrom peroksidiniň CrO_5 -iň emele geliş reaksiýasy. CrO_5 ýokary duýujylygy bolandygy sebäpli Cr^{3+} kationyny we CrO_4^{2-} ,

$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ anionlaryny kationlaryň analitiki toparlarynyň üýşmeginde açmak mümkin.

a) H_2CrO_6 suw erginlerinde durnuksyzdyr, şol sebäpli reaksiýa efiriň izoamil spirti bilen garysygynyň gatnaşmagynda geçirilýär. Ol şol erginde gowy ereýär.

b) hromuň okislenmek reaksiýasy katalizatoryň gatnaşmagynda ($-\text{Ag}^+$ ionlary) geçýär.

Hrom durnukly duzlaryň iki hataryny emele getirýär: Cr^{2+} we Cr^{3+} kationlarynyň duzlaryny hem-de hrom we ikihromly kislotalaryň duzlaryny.



Hromatlaryň erginleri gaýnadylanda duzlaryň gidrolizi esasynda täzedan gidroksid görnüşinde çökýär.

2. Ammiak hem hromuň gidroksidini çökdürýär. Ol artykmaç guýlanda melewse (fiolet) reňkli kompleks birleşmesini emele getirýär $[\text{Cr}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$.

Hrom ammiakaty gaýnadylanda gidrolizleşýär we hromuň (III) gidroksidini emele getirýär:



Reaksiýanyň ýerine ýetirilişi. 2-3 damja hrom duzunyň erginine 5-6 damja (1:1) NH_4OH -dan goşmaly we gowy garyşdyrmaly. Çöken çökündini süzmeli (mümkin bolsa sentrifugada), ergine 3-4 damja suw goşup gaýnatmaly. Gidroliziň geçmegi esasynda hrom (III) gidroksidiniň çöküşine syn etmeli.

3. Natriý gidrofosfaty. Cr^{3+} iony bilen täsirleşip ýasyl çökündini, hrom fosfatyny CrPO_4 emele getirýär. Ol çökündi asgarlarda, kislotalarda ereýär. Hrom (III) fosfaty sowukda uksus kislotasynda-da az-owlak ereýär. Hrom fosfatynyň uksus tursy erginleri gaýnadylanda çökündi esas duz görnüşinde çökýär.

4. Aşgar metallarynyň karbonatlary hrom duzlary bilen täsirleşende hromuň gidrat okisi çökdürilýär. Reaksiýa aşgar metallarynyň karbonatlarynyň alýuminiý duzlaryna täsiri ýaly geçýär.

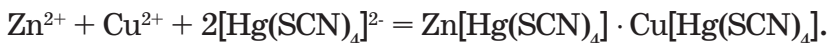
5. Natriý asetaty Cr^+ ionyny çökdürmeýär, sebäbi ol ereýji kompleks birleşmesini berýär:



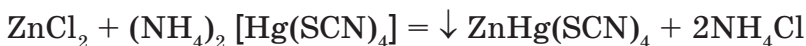
Sink ionynyň täsirleşmeleri

Erginde Zn^{2+} iony reňksiz. Oňa amfoter häsiýetli gidroksid $\text{Zn}(\text{OH})_2$ laýyk gelýär. Zn^{2+} iony 4 we 6 koordinasion sanly kompleksi emele getirijidir.

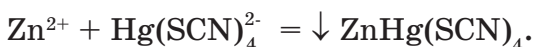
1. Ammoniy tetrarodanomerkuraty $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ gowsak kislota gursawynda sinkiň iony bilen ak kristal çökündini $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ emele getirýär. Eger erginde Zn^{2+} iony bilen bir wagtda Cu^{2+} mis iony hem bar bolup, ergine $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ goşulan wagtynda melewşe (fiolet) reňkli çökündi çökýär:



Reaksiýanyň ýerine ýetirilişi. Zn^{2+} duzunyň bir damja erginine bir damja 0,1%-li CuSO_4 -ergininden we bir damja $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ ergininden goşmaly. Probirkanyň diwarjygy aýna taýajygy bilen sürtülenden soňra melewşe (fiolet) reňkli çökündi çökýär:



ýa-da

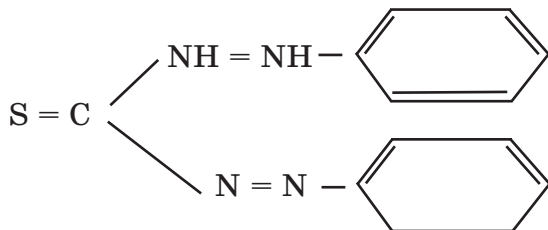


Çökündi güýçli kislotalarda ereýär. Aşgarlar bilen bol-
sa dargap, sary reňkli HgO birleşmesini emele getirýär.
Sinkiň açylmak derejesi – 30 *mkg*. Täsirleşmäniň açylma-
gyna erginde misiň, kobaltıň, nikeliň we demriň köp muk-
darda bolmagy päsgel berýär. Mundan başga-da demriň
(III) gyzyl reňkli kompleks birleşmesiniň Fe(SCN)_n $(3-n)^+$
emele gelmegi mümkin. Demriň (III) ionynyň päsgel berme-
gini ftoridleri, oksalatlary, fosfatlary goşmak bilen aýyr-
mak bolýar. Sinkiň açylmagyna Cd^{2+} , Sn (II) ionlary päsgel
berýärler. Galaýyny (II), Hg (II)-den tä Hg (I) walentligine
çenli gaýtaryp, Hg_2Cl_2 çökündisini emele getirmeli.

Eger-de sinki açmak üçin täsirleşme geçirilende az
mukdarda Co^{2+} iony gatnaşdyrylsa, onda sinkiň açylmak
derejesi tä 4 *mkg*-a ($\text{pH} = 7$ bolanynda) çenli we 0,5 M HCl
ergininde 10 *mkg*-a çenli aşaklaýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 2-3 damja sink iony-
ny saklaýan erginiň üstüne bir damja 0,02%-li kobaltıň
duzunyň erginini we 2-3 damja reagent guýýarlar. Aýna
taýajygy bilen probirkanyň diwaryny sürtýärler. Sinkiň bar-
lygynda asman reňkli çökündi emele gelýär. Şu täsirleşme
bilen birlikde, deňeşdirmek üçin boş tejribäni hem geçirme-
li. Kobalt duzunyň gowsak erginini taýýarlamak üçin pro-
birka 1-2 damja 0,1M kobaltıň erginini guýýarlar we ony
distillirlenen suw (3-5 cm^3) bilen gowsadýarlar.

2. Ditizon – difeniltiokarbazon:

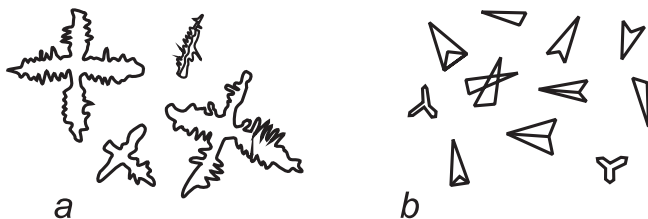


Ditizon sink iony bilen organiki eredijilerde (CCl_4 ,
 CHCl_3) oňat ereýän kompleks birleşmäni emele getirýär.

Bu birleşme şuna meňzeş bolan başga kationlaryň ditizonatlaryndan tapawutlanyp, aşgar gursawynda diňe organiki gatlagy däl, eýsem, suwuň gatlagyny hem gyzyly reňke öwürýär. Sinkiň açylmak derejesi -1 mkg. Açmaklyga Ag^+ , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} ionlary päsgel berýärler, sianidler bilen gizlemek bolýar ýa-da sulfidler görnüşinde çökdürýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 3-4 damja sinkiň ionyny saklaýan erginiň üstüne 3-4 damja 2M NaOH erginini guýýarlar. Alnan erginden kapillýar turbasynyň kömegi bilen bir damja alyp, süzgüç kagyzynyň üstüne damdyrýarlar. Kapillýaryň ujuny diametri tä birnäçe millimetr bolan tegmil emele gelyänçä kagyzynyň üstünden aýyrmaly däl. Dört hlorly uglerodda eredilen, ditizon saklaýan kapillýar turbasynyň kömegi bilen tegmiliň daşyny çyzyp tegeleýärler. Şonda sol iona häsiýetli gyzyly reňkli halka emele gelyär. Ony bolsa boş geçirilen tejribe bilen deňesdirmeli. Onuň üçin süzgüç kagyzynyň üstündäki tegmiliň gapdalyna bir damja 2M NaOH erginini damdyrýarlar we onuň daşyny, ýagny gyrasyny ditizonyň dört hlorly ugleroddaký ergini bilen aýlaýarlar. Şonda mämşi tegmil emele gelyär.

3. Mikrokristalloskopik täsirleşme Tetraarodano-(2) merkurat ammoniý – $(\text{NH}_4)_2 [\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ gowşak kislota gursawynda sinkiň iony bilen häsiýetli kristallary, dendrity (7-nji surat) emele getirýär. Tetraarodano – (2) merkurat sinki emele getirýär.

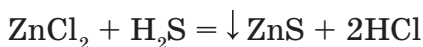


7-nji surat. $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ kristallary

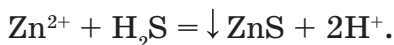
a) adaty şertlerde alnan: b) mineral kislotalaryň gatnaşmagynda emele gelen (ýa-da örän gowsadylan erginde). Mineral kislodnyň gatnaşmagynda ýa-da örän gowsak erginde hemme tarapy deň bolmadyk üçburç şekilli we pagta görnüşündäki kristallar (7-nji (b) surat) emele gelýärler. Sinkiň açylmak derejesi – 0,2 mkg (pH=7) we 0,5M HCl. Açylmaklyga Cd^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} we Fe^{2+} ionlary päsgel berýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi Predmet aýnasynyň üstüne bir damja sink ionyny saklaýan ergini damdyrýarlar. Onuň gapdalyna reagentiň damjasyny damdyryp, damjalary aýna taýajygynyň kömegi bilen birleşdirýärler. Emele gelen kristallara mikroskopda seredýärler.

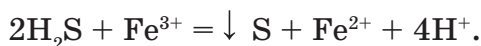
4. Kükürtwododorod H_2S sinkiň ionyny ak çökündi ZnS görnüşinde çökdürýär:



ýa-da



Sinkden başga üçünji toparyň beýleki kationlary H_2S bilen çökündi emele getirmeýär. Bu bolsa sinki dördünji toparyň kationlaryna ýakynlaşdyrýar. Sinkiň H_2S bilen çökmegi onuň ereýjiliginiň köpeltmek hasylynyň (EKH) üçünji toparyň beýleki kationlarynyňkydan tapawutly bolany üçin, ol kationlaryň hemmesiniň bar bolan ýagdaýynda açyp bolýar. Täsirleşmäniň geçmegine diňe Ni^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} ionlary pasgel berýär, sebäbi olar H_2S -i tä yönekeý kükürde çenli okislendirip, ZnS -ne meňzes bolan çökündini emele getirýärler:

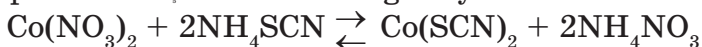


Mundan başga-da erginde MnO_4^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, H_2O_2 ýaly okislendirijiler bolmaly däldir.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: probirkada 4-5 damja sink ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja formiat bufer erginini ýa-da natriý asetatyny guýýarlar. Soň howa sorujy şkaфыň aşagynda ýuwaşlyk bilen kükürtwodorodyň düwmejiklerini goýberýärler. Ak çökündiniň emele gelşine syn etmeli. Soňra emele gelen çökündiniň duz kislotasynda ereýändigini ýa-da eremeýändigini barlap görmeli.

Kobalt ionynyň täsirleşmeleri

Ammoniy ýa-da kaliý tiosianaty (rodanid) NH_4SCN , KSCN , kobalt (Co^{2+}) kationy bilen uksus tursy gursawynda ($\text{pH}=4-5$) gök reňke reňklenen dürli düzümlü $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$ kompleks birleşmesini emele getirýär:

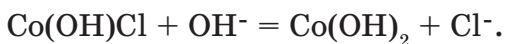


Kobalt öz birleşmelerinde iki, üç we dört walentli bolýarlar. In durnukly ion Co^{2+} . Co^{2+} iony gowy kompleks emele getirijidir. Aşgar gursawda iki walentli kobalt Co^{2+} aňsat (howada-da) üç walentli kobalta çenli okislenýär:

1. Iýiji aşgarlar Co^{2+} iony bilen gök esas duzunyň gök çökündisini emele getirýär:

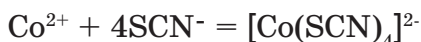


Aşgarlary guýmaklyk dowam etdirilse, gülgüne reňkli çökündi, iki walentli kobaltnyň gidroksidine öwrülýär:



Co(II) gidroksidi howada $\text{Co}(\text{OH})^3$ -e okislenýär. Netije-de, çökündi goýy goňur reňke öwrülýär. Co(II) we Co(III) gidroksidleri kislotalarda ereýär, emma, aşgarnyň artykmaç mukdarynda eremeýärler. Co^{2+} kationy suw erginlerinde gülgüne-melewşe reňklidir.

2. Ammoniy (ýa-da kaliý) rodanidi NH_4SCN (KSCN) Co^{2+} kationy bilen kompleks duz emele getirýär:

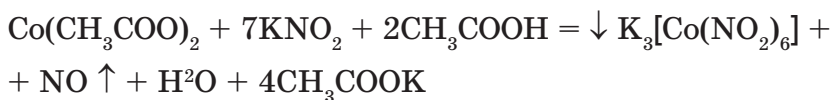


Kislorod saklaýan eredijiler (efir, aseton, izoamil spiriti) bilen kobaltyn az durnukly goýy gök reňkdäki kompleks birleşmesi $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$ ekstragirlenip, täsirleşmäniň duýgurlygyny artdyrýar. Kompleks birleşmäniň dissosiasiasyny peseltmek üçin tiosianatyn artykmaç mukdaryny guýmaly. Kobaltyn açylmak derejesi 3 mkg.

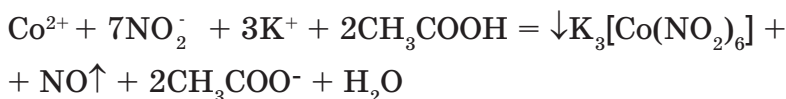
Kobaltyn açylmagyna Fe^{3+} , Ni^{2+} kationlary päsgel berýär, sebäbi $[\text{Fe}(\text{SCN})_5]^{2-}$ bilen gyzylgan reňkli dürli düzümlü kompleks birleşme emele getirýär. $[\text{Fe}(\text{SCN})_5]^{2-}$ kompleks birleşme hem kobaltyn ekstragirlenişi ýaly organiki eredijiler bilen ekstragirlenýär. Fe^{3+} kationynyň päsgel berijiligini aýyrmak üçin Fe^{3+} kationy bilen durnukly reňkdäki kompleks birleşme emele getirýän ftorid ionyny $\text{F}^-(\text{NaF})$, çakyr kislotasyny ($\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) ýa-da ortofosfor kislotasyny (H_3PO_4) guýmaly.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja Co^{2+} ionyny saklaýan erginiň üstüne gaty ammoniy (kaliý) tiosianatyny, gaty ammoniy ftoridini, 5-7 damja izoamil spirtini damdyrýarlar we çaykaýarlar. Izoamil spirtiniň gatlagy gök reňke boýalýar.

3. Kaliý nitriti uksus kislotasynda ($\text{pH} = 4-5$) Co^{2+} iony bilen sary çökündi emele getirýär:



ýa-da

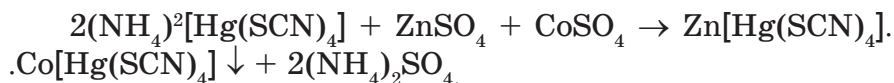


Gowşak erginde gyzdyrylanda wagtyň geçmegi bilen çökündi emele gelýär. Şu täsirleşmäni köplenc, kobalty başga päsgel berýän ionlardan bölüp aýyrmak gerek bolanda ulanýarlar. Kobaltyň açylmak derejesi – 0,4 mkg.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja Co^{2+} ionyny saklaýan erginiň üstüne, 2 damja 2M CH_3COOH erginini, gaty kaliniň nitritini gosýarlar. Garyndyny birnäçe minutlap içi suwly gapda gyzdyrýarlar. Sary çökündi emele gelýär.

4. Mikrokrystalloskopik täsirleşme. Co^{2+} kationyň duzunyň erginine ammoniý tetraodanomerkuriammoniaty (II) $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ täsir etdirilende az ereýän gök reňkli kristalyň (8-nji surat) $\text{CoHg}(\text{SCN})_4 \downarrow$ emele gelmegine esasanlandyr.

Çökündiniň çökmekligini Zn^{2+} kationynyň gatnaşmagy çaltlandyrýar:



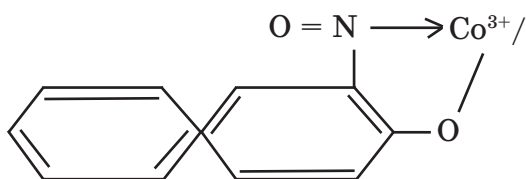
8-nji surat. $\text{CoHg}(\text{SCN})_4$ kristallary

Sink ionynyň diňe bar bolan ýagdaýynda täsirleşmäniň geçişi çaltlassa-da $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{SCN})_4] \cdot \text{Co}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ izoamorf kristallaryň emele gelmegi sebäpli, kobaltyň açylmak derejesi peselýär. Kobaltyň açylmak derejesi – 0,1 mkg. Köp ionlaryň Ag^+ , Pb^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Sn(II) reagent bilen çökmegi mümkin, ýöne kobaltyň gök rozetka ýa-da iňňe şekilli kristallaryny mikroskopyň astynda başga ionlaryň çökündileriniň diňe bar bolan ýagdaýynda hem tapawut-

landyrmak bolýar. Demir ionynyň päsgelçiligini bolsa, ftorid iony bilen ýaşyrmak bolar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: predmet aýnasynyň üstüne kobaltýň we sinkiň ionyny saklaýan erginiň hersinden bir damja ýerleşdirýärler. Aýna taýajygynyň kömegi bilen erginleri birleşdirýärler, reagent goşýarlar we emele gelen kristallara mikroskop astynda seredilýär.

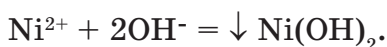
5. M.A. Ilinskiniň täsirleşmesinde α -nitrozos β -naftol Co^{2+} ionyny tä Co^{3+} ionyna oksislendirmek bilen purpur-gyzyl ýa-da gyzyl-goňur reňkli içki kompleks $\text{Co}[\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO})\text{O}]_3$ duzuny emele getirýär:



Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja kobaltýň (II) duzunyň ergininiň üstüne 1-2 damja uksus kislotasyny goşmaly, 5 damja täze taýýarlanylýan ergine α -nitrozos β -naftol ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{O}_2\text{N}$) goşmaly we içi suwly gapda gyzdyrmaly. Eger gerek bolsa, onda aýna taýajygy bilen probirkanyň iç ýüzüniň diwaryny sürtelemeli (mehaniki taýdan täsirleşmäni çaltlaşdyrmak üçin), gyzyl-goňur reňkli çökündi emele gelýär.

Nikel ionynyň täsirleşmeleri

1. Aşgarlar (NaOH , KOH) we ammiak (NH_4OH) nikel iony bilen ýaşyl çökündini – nikeliň (II) gidroksidini emele getirýär:



Ammiak bilen esas duzy (eger-de nikel sulfatyny NiSO_4 alsak) emele gelyär. Eger-de ammiak erginini köp guýsak, onda degişli gök reňkli kompleks birleşmesi emele gelyär:

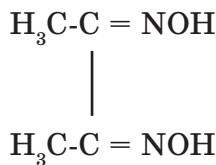


Emma ammoniý duzlarynyň diňe bar bolan ýagdaýynda Ni^{2+} iony ammiak bilen çöküdi emele getirmeýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 3-4 damja nikeliň duzunyň ergininiň üstüne 2-3 damja NaOH ýa-da KOH erginlerini damdyrmaly we ýaşyl reňkli $\text{Ni}(\text{OH})_2$ -niň emele gelsine gözegçilik etmeli.

3-4 damja nikel sulfatynyň (NiSO_4) ergininiň üstüne 2-3 damja ammiagyň erginini guýmaly we esas duzuň ($\text{NiOH})_2\text{SO}_4$ -üň emele gelendigine göz ýetirmeli. Soňyndan onuň üstüne ýene-de çöküdi ereýänçä ammiak erginini guýmaly we degişli ýaşyl reňkli kompleks duzunyň emele gelendigine göz ýetirmeli. Esas duzuň ($\text{NiOH})_2\text{SO}_4$ ammoniý duzlarynyň barlygynda emele gelmeýändigini hem tejribe üsti bilen anyklamaly.

2. Dimetilglioksim ($\text{CH}_3\text{CNOH}/2$) L.A. Çugaýewiň reaktiwi- $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$ Ni^{2+} iony bilen bitarap ýa-da gowsak aşgar gursawda-da suwda eremeýän gyzyly reňkli içki kompleks birleşme $[\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)]$ emele getirýär. Täsirleşmäniň deňlemesini şeýle ýazmak bolar:



82

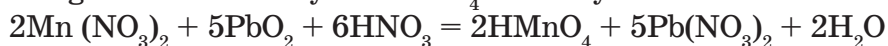
disi emele gelmez ýaly ergine tartratlaryň ýa-da sitratlaryň erginlerini goşmaly. Köp mukdardaky kobaltyň päsgeçiligiňi aýyrmak üçin, ony sianid kompleksine öwürýärler. Demri bolsa çakyr ýa-da limon kislotalarynyň kömegi bilen kompleks birleşmä öwürýärler. Tiosulfat bolsa misiň päsgeçiligiňi aýyrýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1-2 damja barlanýan erginiň üstüne 1-2 damja 20% -li kaliý – natriý tartratyny, natriý tiosulfatynyň kristalyny, 1-2 damja 10% -li duz kislotasynyň, tursy gidroksilaminiň erginini we ammiak erginini guýup ergini gursawyny $\text{pH} = 9$ -a ýetirýärler. Hloroform reagentiniň doýgun ergini bilen ekstragirleýärler. Erginiň organiki gatlagy nikeliň bar bolan ýagdaýynda sary reňke öwrülýär.

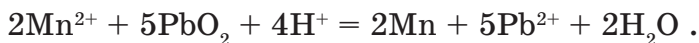
3. Perliniň täsirleşme boýunça alnysy. Ni^{2+} duzy gaz gorelkasynyň ýalnynyň okislendiriji bölüminde natriý tetraboraty (ýa-da $\text{NH}_4\text{NaHPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) bilen goňur reňkli perli (reňkli aýna) emele getirýär.

Marganes ionynyň täsirleşmeleri

1. Natriý wismutaty, gursun (IV) oksidi, ammoniý persulfaty azot tursy gursawda gyzdýrylanda marganesiň (II) ionyny çalt okislendirip, degişli gyzylymtyl-syýa reňkli marganesiň kislotasyna HMnO_4 -e öwürýärler:

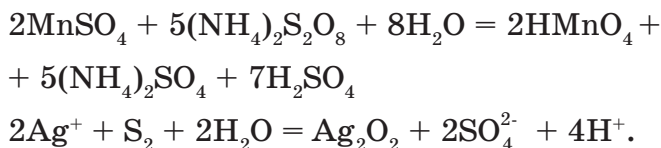


ýa-da

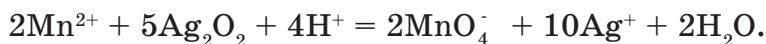


Täsirleşmeden görnüşi ýaly, okislendiriji bolup, PbO_2 hyzmat edýär, has dogrusy onuň düzümine girýän gursun (IV) bolup, ol tä gursun (II)-ä çenli gaýtarylýar.

Ammoniy persulfaty bilen okislendirilende kümüş ionynyň katalizator bolup gatnaşmagynda täsirleşme geçirilýär, ýagny ammoniy persulfaty bilen kümüş (I) iony tä kümüşüň (II) ionyna çenli okislenýär:



Soň kümüşüň (II) iony marganesiň (II) ionyny tä permanganat ionyna çenli okislendirýär, şunlukda, kümüş (I) iony bolsa, öňki halyna geçýär:



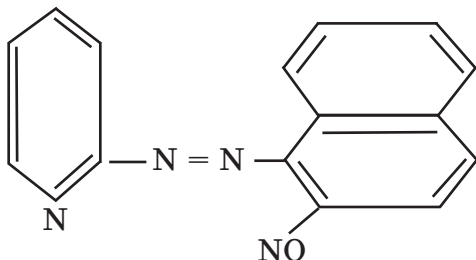
Natriý wismutaty marganes (II) ionyny okislendirende gyzdirmek gerek bolmaýar. Marganesiň açylmagyna gäýtaryjylar päsgel berýärler, şolaryň içinden hlor, brom, iod ionlaryny görkezmek bolar. Marganesiň açylmak derejesi – 2mkg.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: I. Bir damja marganesiň nitratynyň ýa-da sulfatynyň üstüne bir damja konsentriirlenen azot kislotasyny damdyrýarlar, 3-4 damja suw we az mukdarda gaty natriý wismutatyny goşýarlar. Ergin melewşe reňke boýalýar.

2. 5-6 damja $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ erginini, bir damja $2\text{M H}_2\text{SO}_4$ erginini, 1-2 damja konsentriirlenen H_3PO_4 (fosfor kislotasy MnO_4^- -ionyny dargamakdan gorap saklaýar), 1-2 damja AgNO_3 erginini goşýarlar we gyzdyrýarlar. Gyzdrylan okislendirijileriň garysygyna aýna taýajygynyň kömegi bilen örän az mukdardaky Mn^{2+} ionyny saklaýan we hlorid-ionyny saklamaýan ergini goşmaly. Soň ergini garyşdyrmaly we erginiň gyzyly-goňur reňke geçişine gözegçilik etmeli.

3. Alfa nitrozos beta naftol marganesiň (II) iony bilen $\text{pH}=7-10$ gursawda suwda eremesi kyn bolan, gyzylymtyl-

syýa reňkli kompleks birleşme emele getirýär. Onuň gurluşyny şu aşakdaky ýaly ýazmaklyk hödürlenýär:



I

Emele gelen kompleks hloroform, benzol, dörtlörly uglerod, spirtler bilen ekstragirlenýär. Marganesiň açylmak derejesi – 0,05 mkg. Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} ionlary Mn^{2+} ionyny açmaklyga päsgel berýärler, sebäbi I formula hem şu ýagdaýda reňkli kompleks birleşmeleri berýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: Marganes (II) ionyny saklaýan 2-3 damja ergine 5-7 damja suw goşýarlar, 4-5 damja 0,01% -li PAN-iň etanol erginini, pH = 10 gursawa çenli ammiak guýýarlar we hloroformuň kömegi bilen ekstragirleýärler. Marganesiň (II) ionyň barlygynda organiki gatlak gyzyň reňke öwrülýär. Eger-de marganes (II) iony bolmasa, onda organiki gatlak sary reňkli bolýar.

4. Na_2HPO_4 natriý gidrofosfaty marganesiň (II) iony bilen $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2$ -niň ak çökündisini emele getirýär. Çökündi mineral kislotalarda we uksus kislotasynda ereýär (bu bolsa onuň Al^{+3} , Cr^{3+} , Fe^{3+} ionlaryndan tapawudyny görkezýär).

5. Marganes (II) iony kümüş hloridini kümüş metalyna çenli gaýtaryar. Täsirleşmäni damja usuly bilen geçirmek bolýar.

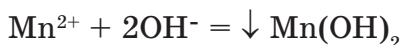
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: şüzgüç kagyzynyň böleginiň üstüne bir damja HCl damdyryň. Emele gelen öl tegmiliň üstüne kapilýaryň ýa-da pipetkanyň kömegi bilen

kümşüň duzunyň erginini damdyryň. Şunlukda, kagyzyň üstünde ak AgCl -ny çökündisi emele gelýär. Soň kapilýar turbajyk arkaly çökündini suw bilen ýuwyarlar. Ýuwma-klygy tegmiliň ululygy öňküsinden 2-3 gezek ulalýança dowam edýärler. Soňundan ýuwulan çökündiniň üstüne marganesiň (II) ionyny saklaýan ergin damdyrýarlar we goýy NaOH erginini kiçijik damja-damjadan täsir etdýärin. Marganesiň (II) ionynyň diňe bar bolsa ýagdaýynda AgCl kümüş metalyna çenli gaýtarylýar we tegmil garalýar:

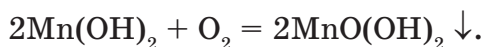


6. Aşgarlar NaOH , KOH we NH_4OH bilen täsirleşmeleri.

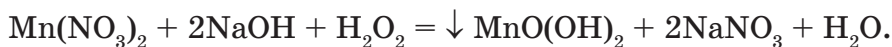
Aşgarlar marganes (II) ionlary bilen ak çökündini – marganesiň (II) gidroksidini emele getirýär:



Çökündi kislotalarda ereýär, emma, artykmaç aşgar erginlerinde eremeýär. Howadaky kislorod bilen okislenip ýuwaş-ýuwaşdan goňur reňkli marganes (IV) gidroksidine öwrülýär:

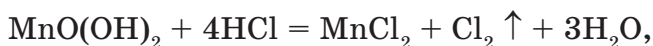


MnO(OH)_2 çökündisi wodorodyň peroksidi bilen aşgar gursawynda marganesiň (II) iony okislenende hem emele gelýär:

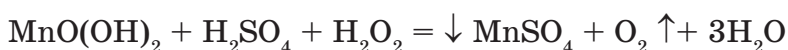


Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja marganes (II) duzunyň üstüne birnäçe damja NaOH erginini tä ak çökündi – Mn(OH)_2 emele gelýänçä damdyrmaly. Çökündiniň ýuwaş-ýuwaşdan okislenmegi bilen Mn(OH)_2 -niň MnO(OH)_2 -ä

öwrülyändigine üns beriş. Soň çökündä 2-3 damja wodorod peroksidiniň 3% -li erginini goşmaly. Çökündi şol wagt goňur-gara reňke geçýär, sebäbi Mn^{2+} derrew okislenip, $MnO(OH)_2$ -ni getirýär. $MnO(OH)_2$ gyzdyrylanda duz kislotasynda ereýär:

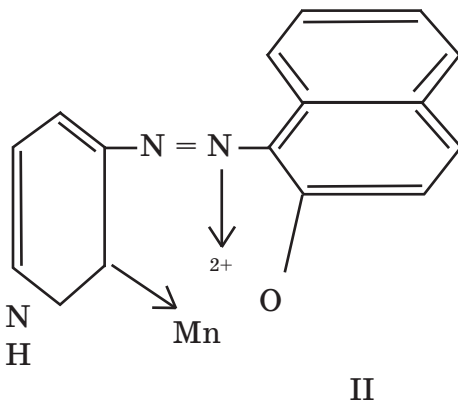


ýa-da wodorodyň peroksidiniň gatnaşmagynda kükürt kislotasynda hem ereýär:

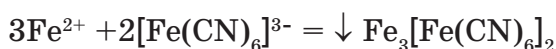


Bu iki ýagdaýda hem Mn^{4+} iony tä Mn^{2+} ionyna çenli gaýtarylýar, NH_4OH hem manganesi Mn^{2+} iony görnüşinde, ýagny $Mn(OH)_2$ görnüşinde çökdürýär, emma, ammoniý duzlarynyň gatnaşmagynda bu ýagdaýlar bolup geçmeýär.

Demir (II) ionynyň täsirleşmeleri



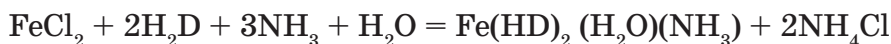
I. Ferrisianid ýa-da kaliý gekksasianoferraty (III) II walentli demiriň ergini bilen gök, ýagny «trunbul gögi» diýlip atlandyrylýan çökündini emele getirýär. Bu Fe^{2+} kationyny açmak üçin köp ulanylýan duýgur täsirleşme bolup, onuň açylmak derejesi – 0,02 mkg-a deňdir:



Çökündi kislotalarda eremeýär, ýöne aşgarlarda bolsa dargaýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1-2 damja Fe^{2+} ionyny saklaýan gowsak kislota gursawly ergine, 1-2 damja reagentiň erginini guýýarlar. Gök çökündi emele gelýär.

2. Dimetilglioksim (Çugaýewiň reaksiwi) Fe^{2+} iony bilen ammiak gursawynda çakyr kislotasynyň gatnaşmagynda gyzyl reňkli durnukly kompleks birleşmesini emele getirýär:



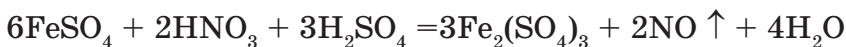
H_2D – dimetilglioksimiň gysgaldylyp ýazylyşydyr. Emele gelen kompleks (Fe^{2+} , H_2D bilen) suwda gowy ereýär. Täsirleşmäni geçirilende ergine çakyr kislotasynyň guýulmagy Fe (III) ionyny kompleks iona öwürüp, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ çökündisiniň emele gelmezligine şert döredýär. Ýagny şu ýagdaýda demriň (III) iony päsgel bermez ýaly edilýär, ýagny demriň (II) ionynyň açylmagyna zyýan bermeýär (çakyr kislotasynyň ýerine limon, turşuja kislotalaryny hem ulanmak bolar).

Dimetilglioksim Ni^{2+} ionyny açmak üçin esasy reaktiwleriň biridir. Ol Ni^{2+} iony bilen gülgüne reňkli çökündi emele getirýär. Demriň (II) ionynyň erginde bolmagy Ni^{2+} ionyny açmaga päsgel berýär. Şu reaksiwi demriň (II) ionyny açmak üçin ulanar ýaly erginde Ni^{2+} ionynyň ýoklugyna göz ýetirmeli (ýa-da Ni^{2+} ionyny KCN bilen berk kompleks $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$ birleşmesine öwürmeli, ýagny ýaşyrmaly, gizlemeli).

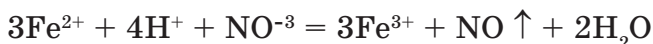
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja demriň (II) ionyny saklaýan erginiň üstüne 20%-li çakyr kislotasynyň (ýa-da limon, turşuja kislotalarynyň) damjasyny damdyrýarlar, I damja dimetilglioksimiň erginini we damja-damjadan tä aşgar gursawa çenli ammiak guýýarlar. Ergin gyzyl reňke reňklenýär.

3. Fe^{2+} ionyň Fe^{3+} çenli okislenmegi. Fe^{2+} kationy okislendirijileriň (HNO_3 , H_2O_2 , KMnO_4 we s.m.) täsiri bilen Fe^{3+} ionyna çenli okislenýär.

Meselem:

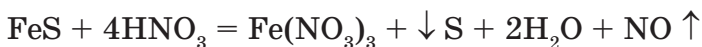


ýa-da

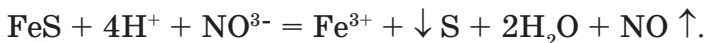


Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 4-5 damja demriň (II) duzunyň (demriň sulfatyna) erginine 3-4 damja $2\text{NH}_2\text{SO}_4$ guýýarlar we erginiň gursawyny tursy etmek üçin 3 damja konsentrlenen HNO_3 damdyrýarlar we gyzdyrýarlar. Gyzdyrmaklygy emele gelen durnuksyz kompleks birleşmäniň $[\text{Fe}(\text{NO})]\text{SO}_4$ goňur reňki aýrylýança dowam etdirmeli, sebäbi gyzdyrylanda $[\text{Fe}(\text{NO})]\text{SO}_4$ dargaýar. Bir damja erginiň kömegi bilen Fe^{2+} -yň tä Fe^{3+} -a çenli okislenendigini barlap görmeli. Şonda demriň (II) iony demre mahsus bolan $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ bilen otrisatel reaksiyany berýär. Eger-de gerek bolsa, ýagny doly okislenmedik bolsa, onda ýene bir damja HNO_3 damdyrmaly we gyzdyrmaklygy dowam etdirmeli. Soňundan ergini sowatmaly we $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ýa-da NH_4CNS , (KCNS) reaktiwleriň kömegi bilen demriň (III) ionyna degişli täsirleşmäni geçirmeli.

Eger-de demriň (II) sulfidini azot kislotasynda eretsek edil şunuň ýaly täsirleşme geçýär:

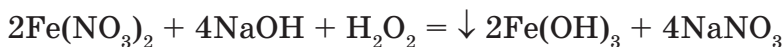


ýa-da



Şeýlelikde, I we II toparlaryň kationlaryny III toparyň kationlaryndan bölüp aýrylanda demriň (II) iony erginde demriň (III) iony görnüşinde bolýar. Analiz etmek üçin bu ýagdaý amatly bolýar, sebäbi demriň (III) iony aşgarlar bilen demriň (II) ionyna görä doly çökýär.

Bulardan başga-da 2 walentli demri tä 3 walentli demre öwürmek üçin asgar gursawynda wodorodyň peroksidini ulanmak bolar:

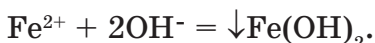


ýa-da



Täsirleşmäniň ýerine ýetirmek üçin 4-5 damja demriň (II) duzynyň üstüne 2-3 damja 2N NaOH erginini, 3-4 damja 3% H_2O_2 guýmaly we içi suwly gapda 2-3 minutlap gyzdyrmaly. Demriň (III) gidroksidiniň gyzyl-goňur reňkli çökündisiniň emele gelsine syn ediň.

4. **Aşgarlar** (NaOH we KOH) we NH_4OH demriň (II) ionyny $\text{Fe}(\text{OH})_2$ görnüşinde çökdürýärler:



Eger-de şu täsirleşme howa gatnaşmaz ýaly edilip geçirilse, onda çökündi ak reňkde bolýar. Adatdaky ýagdaýda bolsa ýaşylymytyl reňkde bolýar. $\text{Fe}(\text{OH})_2$ kislotalarda ereýär, emma aşgarlarda eremeýär. Howadaky kislorod suwuň gatnaşmagynda $\text{Fe}(\text{OH})_2$ -ni $\text{Fe}(\text{OH})_3$ -e çenli okislendirýär. Ammiak demriň (II) ionyny doly çökdürmeýär. Ammoniý duzlarynyň gatnaşmagynda bolsa, asla çökündi emele getirmeýär, sebäbi NH_4OH -yň dissosiasıýasy ýatyrylýar we EKH $\text{Fe}(\text{OH})_2$ ululygynyň bahasy ýetmeýär.

Demriň (III) ionynyň täsirleşmeleri

Fe^{3+} kationyny saklaýan duzlaryň erginleri sary ýa-da goňur reňklidir.

1. KOH, NaOH we NH_4OH gidroksidleri Fe^{3+} kationy bilen goňur $\text{Fe}(\text{OH})_3$ çökündisini emele getirýärler: $\text{Fe}^{3+} + 3\text{OH}^- = \text{Fe}(\text{OH})_3$

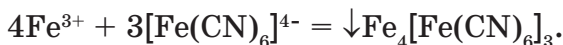
Fe^{3+} gidroksidi hrom, alýuminiý gidroksidlerinden tapawutlykda aşgarlaryň artykmaç mukdarynda eremeýär.

$\text{EKHFe(OH)}_3 = 3,2 \cdot 10^{-38}$ ululygy gaty kiçi, şol sebäpli Fe(OH)_3 diammoniy duzlarynda ereýärler.

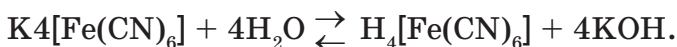
Täsirleşmäniň geçirilis sertleri. Reaksiýa $\text{pH} > 7$ -de geçirilýär. Reaksiýany ammoniy duzlarynyň gatnaşmagynda geçirmek mümkindir. Demir (III) hloridiniň ergininden 3-4 damja alyň, distillirlenen suwdan 3-4 damja we 2-3 damja asgardan goşuň. Çökündiniň häsiýetine we reňkine üns beriň. Çökündiniň ýarysyny ergini bilen başga probirka geçirin. 1-nji probirka 5-7 damja NH_4Cl -ny ergininden, 2-nji probirka bolsa 4-5 damja duz kislotasyndan goşuň.

Haýsynda çöküdi erär? Himiki reaksiýanyň deňlemesini ýazyň.

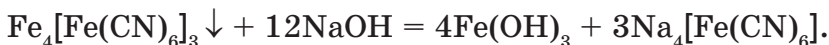
2. ferrosianidiý kaliý, kaliý-geksasianoferraty (II) $-\text{K}_4[\text{Fe(CN)}_6]$ demriň (III) iony bilen goýy-gök çöküdi «berlin lazury» emele getirýär:



Çöküdi gowşak duz kislotasynda eremeýär. Reaktiwiň gidroliz hadysasyny ýatyrmak üçin täsirleşmäni turşy gursawda geçirýärler ($\text{pH} = 2$):



Mundan başga-da asgarlar berlin lazurynyň çökündisini eredýärler:



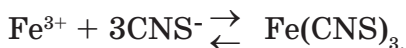
Eger-de has artykmaç $\text{K}_4[\text{Fe(CN)}_6]$ guýulsa, onda berlin lazurynyň çökündisi ergin ýagdaýyna geçýär:



Bu täsirleşme demir (III) ionyny açmak üçin häsiýetli, duýgur täsirleşmedir. Fe^{3+} ionynyň açylmak derejesi – 0,2 mkg. Demriň (III) iony bilen durnukly kompleks birleşmelerini emele getirýän ftorid we oksalat ionlary bu täsirleşmäniň gemegine päsgel berýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1-2 damja demriň (III) ionyny saklaýan we pH gursawy 1-3-e çenli bolan duzunun ergininiň üstüne 1-2 damja reagent guýýarlar. Goýy-gök çökündiniň emele gelsine gözegçilik ediň!

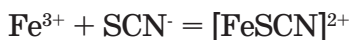
3. Ammoniý (kaliý) rodanidi (tiosianaty) gowsak kislota gursawynda demriň(III) iony bilen gyzyň-gan ýaly kompleks birleşmesini $\text{Fe}(\text{CNS})_3$ emele getirýär:



Demir Fe^{3+} kationy geksasiano (II) kaliý ferraty - $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ bilen reaksiýa $\text{pH} < 3$ ululykda geçirilmelidir. $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ artykmaç guýulmaly däldir, onuň ereýji görnüşli berlin lazurny (owadan gara gök) emele getirmegi mümkindir.

4. Ammoniý rodanidi NH_4SCN Fe^{3+} kationy bilen gan-gyzyň reňkli demir rodanidini emele getirýär. Fe^{2+} iony reaksiýanyň geçmegine päsgel bermeyär. Fe^{3+} kationy SCN^- iony bilen konsentrasiýa baglylykda dürli kompleks ionlaryny emele getirýär:

1) $[\text{SCN}]^- = 5 \cdot 10^{-3} \text{ mol/l}$ bolanda:



2) $[\text{SCN}]^- = 1,2 \cdot 10^{-2} \text{ mol/l}$ bolanda: $[\text{FeSCN}]^{2+} + \text{SCN}^- = [\text{Fe}(\text{SCN})_2]^+$

3) $[\text{SCN}]^- = 4 \cdot 10^{-2} \text{ mol/l}$: $[\text{Fe}(\text{SCN})_2]^+ + \text{SCN}^- = \text{Fe}(\text{SCN})_3$. Has artykmaç mukdarda tetra, penta we soňky geksä rodanidler reňkli ergin $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ -den başga-da demir rodanid komplekslerini hem saklaýar. Demiriň (III) ionynyň suw ergin-

lerinde rodanid ionlary bilen reaksiýalary şu täsirleşmeler görnüşinde geçýär:

1) $\text{Fe}^{3+} + 6\text{H}_2\text{O} = [\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ (akwakompleksleriň emele gelmegi);

2) $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+} + \text{SCN}^- = [\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5\text{SCN}]^{2+} + \text{H}_2\text{O}$ ýa-da

$[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+} = [\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5]^{3+} + \text{H}_2\text{O}$;

3) $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5]^{3+} + \text{SCN}^- = [\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5\text{SCN}]^{2+}$ sonuň bilen bir hatarda;

$[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+} + = [\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5\text{OH}]^{2+} + \text{H}^+$;

4) $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5\text{OH}]^{2+} + \text{SCN}^- = [\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_4(\text{OH})\text{SCN}]^+ + \text{H}_2\text{O}$;

5) $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_4(\text{OH})\text{SCN}]^+ + \text{H}^+ = [\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5\text{SCN}]^{2+}$.

Reaksiýanyň geçiriliş şertleri:

1) reaksiýany pH=2-de geçirmeli;

2) NH_4SCN erginiň artykmajy erginiň reňkini goýulandyryr.

3) Ilki bilen oksid birleşmeleri aýyrmaly;

4) Ftorowodorod, fosfor, mysýakly we başga kislotalaryň anionlary reaksiýany geçirmäge päsgel berýärler. Olar durukly $[\text{FeF}_6]^{3-}$ we ş.m. kompleks birleşmesini emele getirýär. SCN -ionlary bilen gyzyly reňkli NOSCN birleşmäni emele getirýän NO_2 -ionlary hem päsgel berýärler. Şonuň ýalyda güýçli oksidlendirijiler we gaýtaryjylar hem bolmaly däldirler.

5) Demir (III) iony I-ionynyň az mukdarynda SCN -ionyny oksidlendirýär, I- iony katalizatoryň rolynı ýerine ýetirýär:

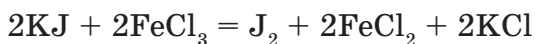
$2\text{Fe}(\text{SCN})_3 + 4\text{Fe}^{3+} + \text{I} + 6\text{Fe}^{2+} + 6\text{SCN}^-$

Kompleksler $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$, $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ we $\text{HFe}(\text{SCN})_4$ efir we izoamil spirti bilen ekstragirlenýär. Demir (III) ionynyň

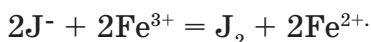
açylmak derejesi – 0,5 mkg. Täsirleşme yzyna gaýdýan täsirleşme bolup, reaktiwi köp guýlanda reňki has hem goýulanýar. Bu täsirleşme demriň (III) iony üçin has duýgur täsirleşmeleriniň biridir. Bu täsirleşmäni geçirmeklige demriň (III) iony bilen berk kompleks birleşiklerini emele getirýän fosfatlar, oksalatlar, rodanidler, sianidler, tartratlar, ftoridler päsgel berýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1-2 damja demir (III) ionyny saklaýan erginiň üstüne rodanid (tiosionat) ergininiň damjasyny damdyrýarlar. Erginde gyzyň reňk emele gelýär. Erginiň üstüne birnäçe damja efir ýa-da izoamil spirtini goşýarlar we çaykaýarlar. Erginiň organiki gatlagy gyzyň reňke öwrülýär.

5. Okislenme-gaýtarylma täsirleşmesi. Demir (III) iony demriň (II) ionyna çenli gaýtarylyp bilinýär, özüne elektrony kabul edip käbir täsirleşmelerde okislendiriji häsiýeti ýüze çykarýar. Emma ol örän gowsak okislendirijidir, soňa görä-de, işeň gaýtaryjylar (H_2S , KJ we başgalar) bilen birleşip bilýär. Meselem:

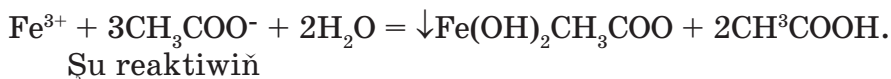
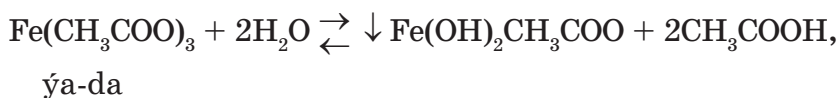


ýa-da



Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: probirka 4-5 damja KI , 2-3 damja HCl ýa-da H_2SO_4 , 3-4 damja demriň (III) duzyny guýmaly we silkelemeli. Erginiň goňur reňke geçmegi ýoduň sada madda görnüşinde bölünip çykýandygyny görkezýär. Benzol (ýa-da benzodin) gosulyp çaykalandan soň organiki gatlak ýoduň goňur reňkinden melewşe reňke öwrülýär.

6. Natriý asetaty CH_3COONa demriň (III) iony bilen adaty temperaturada demir asetatyny $Fe(CH_3COO)_3$ emele getirýär. Erginiň reňki gyzyň-goňur reňke öwrülýär. Eger-de ergine suw gosup gaýnaýança gyzydysak, onda $Fe(CH_3COO)_3$ üň gidrolizi güýçlenýär we goňur çökündi – esas duz emele gelýär:



реактив

$(\text{CH}_3\text{COONa}) \text{Al}^{3+}$ iony bilen hem şunuň ýaly täsirleşmä gatnaşýandygyny ýadyňyza salyň, ýöne $\text{Al}(\text{OH})_2\text{CH}_3\text{COO}$ çökündisi ak reňklidir. III toparyň başga kationlary CH_3COONa bilen çökündi emele getirmeýärler.

7. Demriň (III) ionyny owkalamak usuly bilen (F.M. Flawiskiniň täsirleşmesi) açmak. Kiçijik farfor gap-jagazyna ýa-da farfor tagtasynyň üstüne $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ duzunyň birnäçe gaty kristallaryny ýerleşdirmeli, şol mukdarda hem gaty NH_4SCN duzuny goşmaly we farfor taýajygynyň inçe tarapy bilen garyndyny bulaşdyryp, garyşdyrmaly. Şeýlelikde, garyndyda gyzyň-gan reňkli $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ emele gelýär.

Eger-de gury duz analiz edilmän, ergin halyndaky duz analiz edilse, onda demriň (III) ionyny açmak üçin, erginiň birnäçe damjasyny $2\text{N H}_2\text{SO}_4$ ergini bilen bugartmaly. Bugartmagy tä gury duz alynýança dowam etmeli. Ony sowadylandan soň ýokardaky görkezilen usul bilen täsirleşmäni geçirmeli.

7.4. I-III ANALITIKI TOPARLARYŇ KATIONLARYNYŇ GARYNDYSYNYŇ ANALIZI

I-III analitiki toparlaryň kationlarynyň garyndysynyň analizini geçirmekligiň birnäçe usullary bar: ammiak usuly, piridini ulanmaklyk we wodorodyň peroksidini ulanmak arkaly. Biz wodorodyň peroksidini ulanmaklygyň usulynyň üstünde durup geçeris.

Wodorodyň peroksidini ulanmak usuly

III, II we I analitiki toparyň analiziniň yzygiderli barlanýş usuly boýunça derňelmegi, öňürti geçirilýän barlaglardan başlanýar:

1. Çökündini eretmek we II toparyň sulfatlaryny bölüp aýyrmak.

2. Gözegçilik etmek we synlamak.

a) erginiň reňkine syn etmek. Erginiň reňki boýunça birnäçe reňkli kationlaryň bardygyny ýa-da ýokdugyny kesgitlemek.

b) erginiň pH gursawyny kesgitlemek we gerekli netije çykarmak.

c) NH_4^+ ionyny açmak. III toparyň kationlary çökdürilende toparlaýyn reagenti $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ bilen, biz ergine NH_4^+ ionyny girizýäris. Şonuň üçin III toparyň kationlary toparlaýyn reagent bilen çökdürilmänkä NH_4^+ ionynyň bardygyny ýa-da ýokdugyny drob analiziniň kömegi bilen barlamaly.

d) demriň (III) we (II) ionlarynyň açylyşy. Bu ionlaryň açylmagyny toparyň kationlary çökdürilmezinden öň geçirmeli. Sebäbi çökdürilenden soň we çökündi HNO_3 kislotasynda eredilenden soň hemme demriň ionlary (III)-a geçýärler.

e) Zn^{2+} ionynyň açylyşy.

3. III toparyň kationlarynyň II we I toparyň kationlaryndan bölünip aýrylyşy.

4. II we I toparyň kationlaryny açmak üçin ergini analize taýýarlamak.

5. III toparyň kationlarynyň sulfidleriniň we gidrok-sidleriniň çökündilerini eretmek we Fe^{2+} iony Fe^{3+} iona çenli oksidlendirmek.

6. Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} ionlaryny Fe^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} ionlaryndan bölüp aýyrmak.

7. Çökündini eretmek we Co^{2+} ionyny açmak.

8. Demir bilen marganesi nikel we kobaltdan bölüp aýyrmak.

9. Mn^{2+} we Fe(III) ionlaryny açmak.

10. Ni^{2+} ionyny açmak.

11. Al^{3+} we Zn^{2+} ionlaryny açmak.

12. II toparyň kationlaryny I toparyň kationlaryndan bölüp aýyrmak we açmak.

13. I toparyň kationlaryny açmak.

I-III toparlaryň kationlarynyň analiziniň gidişiniň shemasy

8-nji tablisa

I-III toparlaryň kationlarynyň analiziniň gidişiniň shemasy

1. Çökündini HCl-da eretmek we eremeýänini (BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4) bölüp aýyrmak.	
2. NH_4^+ , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Zn^{2+} ionlaryny açmak (erginden azajykdan aýratyn alyp barlamak, ýagny drob usuly boýunça barlag geçirmek).	
3. III toparyň kationlaryny $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ bilen NH_4OH we NH_4Cl erginleriniň gatnaşmaklarynda çökdürmek we çökündini NH_4NO_3 saklaýan suw bilen ýuwmak. Çökündi: $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, Fe_2S_3 , FeS , MnS , FeS , CoS we NiS	
5. Çökündini HNO_3 -de eretmek (gyzdyrmak bilen), kükürdiň galyndysyny aýyrmak.	Sentrifugada: (erginde) Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , $(\text{NH}_4)_2\text{S}$
Ergin: Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , (HNO_3)	

6. Bölüp aýyrmak: Al^{3+} , Cr^{3+} we Zn^{2+} ionlaryny köpräk NaOH we H_2O_2 erginlerini guýup gyzdýrmak bilen Fe^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} ionlaryndan bölüp aýyrmak.				4. Ergindäki artykmaç $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ -i dargatmak üçin CH_3COOH guýup gaýnatmaly. Çöken kükürdi aýyrmaly. Gyzdýrmak we bugartmak bilen ammoniý duzlarynyň köp bölegini aýyrmak. Gyzdýrylandan soň galan çökündini HCl goşulan suwda eretmeli. II we I toparyň kationlaryny açmaly.			
Çökündi: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$ we $\text{Ni}(\text{OH})_2$.		Sentrifugada (ergin) AlO_2^- , ZnO_2^{2-} , CrO_2^- , (NaOH)		a) II toparyň kationlaryny I toparynyň kationlaryndan bölüp aýyrmak üçin erginiň üstüne II toparyň toparlaýyn reaktiwini $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, NH_4Cl we NH_4OH guýmaly we çökündini süzmeli.			
7. Çökündini H_2SO_4 bilen KNO_2 -niň garysýgynda eretmek, Co^{2+} ionyny açmak.		11. CrO_4^{2-} ionyny açmak (erginiň bir bölegi bilen) we CrO_4^{2-} iony bar bolsa ony erginiň düzüminden bölüp aýyrmak. / CH_3COOH gatnaşmagynda BaCl_2 ergini bilen/		b) Sentrifugada: I toparyň kationlary. Olary bölekleyin barlamak we açmak.			
Ergin: Fe^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} ,							
8. Bölüp aýyrmak: Fe^{3+} , Mn^{2+} ionlaryny köpräk NH_4OH we H_2O_2 täsir etdirmek bilen Co^{2+} we Ni^{2+} ionlaryny aýyrmak.		Çökündi: BaCrO_4 (BaSO_4) barlanmaýar	Sentrifugada: Al^{3+} , Zn^{2+} (Ba^{2+} , CH_3COOH)				
Çökündi: $\text{Zn}(\text{OH})_2$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$	Sentrifugada: $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$, $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$.		12. Erginiň aýry böleklerinde a) Al^{3+} ionyny;				

	9. Ni^{3+} ionyny açmak		b) Zn^{2+} ionyny açmak	
10. Cl^- ionyny ýuwup aýrmak (çökündini ýuwmak bilen). Mn^{2+} ionyny açmak we degişli täsirleşmäniň kömegi bilen demriň II we III ionlaryny barlamak.				13. I toparyň kationlaryny açmak

a) II toparyň kationlarynyň diňe bar bolan ýagdaýynda emele gelen çökündiniň (BaCO_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , $(\text{MgOH})_2\text{CO}_3$) üstüne uksus kislotasyny CH_3COOH guýup gyzdymaly we emele gelen erginiň düzüminden gezekli-gezegine II toparyň kationlaryny (Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}) we I topardan Mg^{2+} kationyny açmaklyga başlamaly.

1. Ba^{2+} ionyny açmaly we çökdürip aýyrmaly. Şonuň üçin erginiň üstüne K_2CrO_4 ýa-da $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{CH}_3\text{COONa}$ goşmaly, Ba^{2+} ionynyň bar bolan ýagdaýynda sary kristal görnüşde BaCrO_4 çökündisi çökýär we ony süzüp erginden aýyrýarlar.

2. Sr^{2+} ionyny açmak we çökdürip aýyrmak üçin ergine $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -üň doýan erginini gyzdymak bilen täsir etdirýärler. Eger erginiň düzüminde Sr^{2+} iony bar bolsa, onda ak kristal görnüşli SrSO_4 çökündisi çökýär. Ony süzüp aýyrmaly we erginde $[\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]^{2-}$, Mg^{2+} ionlarynyň bardygyny barlamaly.

3. Ca^{2+} ionyny açmak we bölüp aýyrmak üçin ergine $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 + \text{CH}_3\text{COOH}$ täsir etdirmeli. Ca^{2+} ionynyň bar bolan ýagdaýynda CaC_2O_4 -üň ak kristal şekilli çökündisi çöker we erginde Mg^{2+} iony galar.

4. Mg^{2+} ionyny açmak üçin ergine $\text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NH}_4\text{OH} + +\text{NH}_4\text{Cl}$ reagentlerini täsir etdirýärler, şonda Mg^{2+} ionynyň barlygynda MgNH_4PO_4 -üň ak kristal çökündisi çöker.

5. Indi bolsa (b) bölümde alnan sentrifugadaky erginde

I toparyň ionlaryny açmaly. Kationlary açmazymyzyň ön ýanynda bu erginde NH_4^+ kationynyň barlygyna we ýoklugyna göz ýetirmelidir. Onuň üçin 1-2 damja erginiň üstüne Nesleriň reaktiwini $\text{K}_2[\text{HgJ}_4]$ täsir etdirýäris. Gyzyň reňkli çökündiniň bolmagy NH_4^+ ionynyň bar bolan ýagdaýyny aňladýar. Onda NH_4^+ ionlarynyň Na^+ we K^+ ionlarynyň açylmagyna päsgel berýänligi sebäpli ergine aşgar täsir etdirip, bugartmaklyk arkaly NH_4^+ ionyny erginden aýyrmaly.

6. Na^+ ionyny açmak üçin erginiň üstüne uksustursy gursawda uranil asetatynyň $\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2$ erginini guýmaly. Ýaşılymytyl – sary $\text{UO}_2\text{Na}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ çökündiniň emele gelmegi Na^+ ionynyň bardygyny aňladýar.

7. K^+ ionyny açmak üçin ergine $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ natriniň geksanitrokobaltatyny (kobaltonitrit) täsir etdirmeli, emele gelen sary reňkli kristal çökündi $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, K^+ ionynyň barlygyny subut edýär.

7.5. Kationlaryň dördünji topary.

IV toparyň toparlaýyn reagenti tursy gursawda ($\text{pH}=0,5$) kükürtwodoroddyr H_2S . Hloridleriniň ereýjiligiň dürlidigine göre IV toparyň kationlary iki sany toparça bölünýärler:

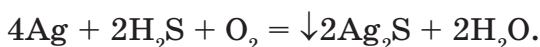
a) birinji toparça (kümüş toparçasy) Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} ionlary gatnaşýarlar. Bu ionlaryň hloridleri kyn ereýärler we HCl -üň täsirinde çökündi emele getirýärler.

b) Ikinji toparça (mis toparçasy) Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} we Hg^{2+} ionlary gatnaşýarlar. Toparçanyň umumy çökdürijisi tursy gursawda kükürtwodoroddyr. Olar sulfidler görnüşinde çökdürilýär. Ikinji toparçanyň Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} kationlary bilen erginde myşýak – As^{III} , As^{IV} , sürme – Sb^{III} , Sb^{V} , galaýy – Sn^{II} , Sn^{IV} , molibden – Mo^{VI} , wolfram – W^{VI} ionlary bolan ýagdaýynda olar hem sulfidler görnüşinde çökýärler, ýöne ergine natriý sulfidi Na_2S goşulanda ýokarda ady tu-

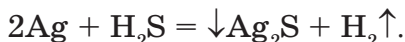
tulan ionlaryň sulfid çökündileri ereýärler. Şolar bilen bir hatarda Hg^{2+} kationy hem ergine geçýär we ionlary biribirinden aňsatlyk bilen aýyrmak mümkinçiligi döreyär. Bularyň toparlaýyn reagenti HCl – duz kislotasydyr. Bu kationlaryň hloridleri suwda ereýärler. Şonuň üçin HCl täsir etmeginde çökündi emele getirmeyärler. Simabyň (I) kationy $[\text{Hg}_2]^{2+}$ görnüşinde ýazylýar, ýöne aňsatlyk üçin Hg^{2+} görnüşde hem ýazmak bolar. Sebäbi iki sany ikilikler gysgaldylyp simap(I)-ni aňladýar.

Kümüş ionynyň täsirleşmeleri

1. Kükürtwodorod we ammoniý sulfidi. Kümüşüň duzuna H_2S ýa-da $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ täsir etdirilse diňe gara çökündi Ag_2S emele gelyär. Kümüşüň sulfidi kümüş metalyna kislorodyň diňe bar bolan ýagdaýynda H_2S täsir etdirilse hem emele gelyär, ýöne bu täsirleşme örän haýal geçýär:



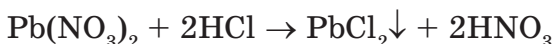
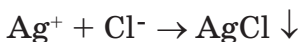
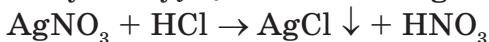
Ag_2S örän az ereýjiligine we $\text{Ag}_2\text{S} / 2\text{Ag}$ ulgamyň pes potensiallydygyna görä kislorod bolmasa hem emele gelip bilýär:

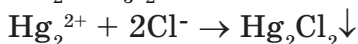
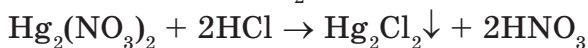
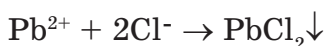


Kümüş sulfidi aşgar metallaryň sulfidleriniň we polisulfidleriniň erginlerinde eremeýär. Ol azot kislotasyndan başga mineral kislotalarda-da eremeýär:



Ag^+ , Pb^{2+} , $[\text{Hg}_4]^{2+}$ kationlary toparlaýyn reagenti bolan duz kislotasy (HCl) bilen täsirleşende gowşak kislotalar şekilli kyn ereýji çökündi emele getirýärler:



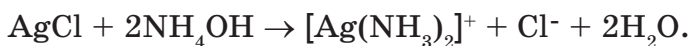


Konsentrirlenen duz kislotasynyň artykmaç guýulmagyna ýol berilmeli däl. Sebäbi ereýji kompleks birleşmeleriniň emele gelmegi mümkindir:

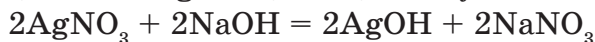
$\text{AgCl} + 2\text{HCl} \rightarrow \text{H}_2[\text{AgCl}_3]$, $\text{PbCl}_2 + \text{HCl} \rightarrow \text{H}[\text{PbCl}_3]$. Hloridleriň ereýjiligi dürlüdür. Suwuň 1000C temperaturasynda gursun hloridiniň ereýjiligi üç esse ýokarlanýandyr. Şol wagtyň özünde kümüş hloridiniň we simap hloridiniň ereýjiligi öňküsinde galýar. Bu häsiýetler Pb^{2+} kationyny $[\text{Hg}_2]^{2+}$, Ag^+ kationlaryndan aýyrmakda ulanylýar. Simap hloridi ammiak ergini bilen täsirleşende dimerkurammoniý hloridini emele getirýär. Ol bolsa durnuksyz bolup, az ereýji merkurammoniý bilen metal şekilli simaba dargaýar we çökündä gara reňk berýär:



Bu bolsa $[\text{Hg}_2]^{2+}$ kationyny Ag^+ kationyndan aýyrmaga mümkinçilik döredýär. Kümüş hloridi ammiagyň täsirinde kompleks duzlaryny emele getirýär we gowy ereýjidir:



2. Aşgarlar we ammoniý gidroksidi erginden kümüş durnuksyz gidroksid görnüşinde çökdürmän, goňur reňkli kümüşüň oksidi görnüşinde çökdürýärler:

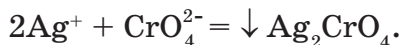
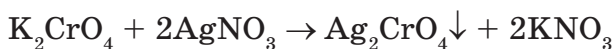


Täsirleşmäni ýerine ýetirilişi 3-4 damja kümüş nitratynyň ergininiň üstüne 2-3 damja natriniň ýa-da kaliniň gidroksidini goşmaly. Eger emele gelen çökündiniň üstüne artykmaç mukdarda NH_4OH guýulsa, çökündi eräp, kümsüň ammiakly kompleks birleşmesini emele getirer:



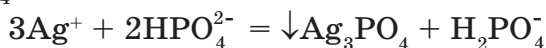
Ag_2O madda ammoniý gidroksidinde eredilende, eretmekligi ammoniý duzlarynyň gatnaşmagynda geçirmeli, ýogsam partlaýjy kümüş nitridini (Ag_2N) emele gelmegi hemde onuň ujypsyz sarsgyndan partlamagy mümkin.

3. Kaliý hromaty K_2CrO_4 kümsüň iony bilen kerpiçgyzyl reňkli Ag_2CrO_4 -iň çökündisini emele getirýär:



Çökündi HNO_3 -de we NH_4OH -da ereýär, emma CH_3COOH -da kyn ereýär. Täsirleşmäni geçirmek üçin $\text{pH}=7$ bolmaly. Aşgar gursawynda kümsüň oksidi (Ag_2O) çökýär. Güýçli kislota we ammiak gursawynda çökündi emele gelmeýär.

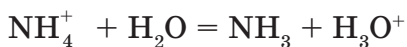
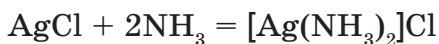
4. Natriý gidrofosfaty Na_2HPO_4 kümüş iony bilen sary çökündi (Ag_3PO_4) emele getirýär. Çökündi HNO_3 -de we NH_4OH -da ereýär:



Täsirleşmäni geçirip görüň.

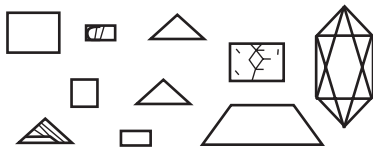
5. Aşgar metallaryň hloridleri, bromidleri we ýodidleri. Bular kümsüň ionlary bilen birleşende dorog ýaly AgCl , AgBr we AgI çökündilerini emele getirýärler. AgCl ak, AgBr açyk-sary we AgI sary reňkli çökündilerdir. Eger-de Cl^- , Br^- we I^- ionlarynyň goýulygyny köpeltseň, onda kümüş galogenidleriniň kompleks birleşmeleriniň emele gelmegi köpeliýär. Esasan, AgX_2^- we AgX_4^{3-} kompleksleri emele gelýär, azrak mukdarda bolsa AgX_3^{2-} kompleksi emele gelýär.

Kümsüş hloridi NH_4OH ergininde we ammoniý karbo-
natynda ereýär, sebäbi kislota-aşgar täsirleşmesinde ol ýe-
terlik mukdarda ammiak saklaýar:



Kümüş ýodidi ammiakda eremeýär. Kümüş bromidiniň bolsa azajyk bölegi ereýär. kümsüş hemme galogenidleri kaliý sianidiniň ýa-da natriý tiosulfatynyň erginlerinde ereýärler, sebäbi emele gelen kümsüş sianid we tiosulfat kompleksleri, kümsüş ammiak kompleksinden durnuk-
lydyr.

Eger-de ýuwas-ýuwasdan kristallasmak geçse, ammiak ergininden $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ -ny kiçijik altyburçly, üçburçly, ýyl
dyz şekilli we ş.m. (9-njy surat) kristallary emele gelýär.



9-njy surat. $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ kristallarynyň görnüşleri

Kümüş ionynyň mikrokristalloskopik täsirleşme bilen açylmak derejesi -5 mkg. Ag^+ ionynyň açylmagyna gursun we simap ionlary päsgel berýärler. Eger-de täsirleşme probirkada geçirilse, kümsüş açylmak derejesi -10 mkg.

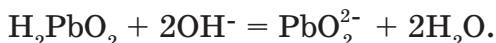
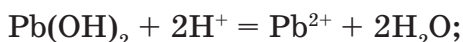
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: I. Probirkadaky 3-4 dam-
ja kümüş ionyny saklaýan ergine 2-3 damja 2M HNO_3 ergi-
ni we 3-4 damja 2M HCl ergini guýmaly. Ak çökündi emele
gelýär. Çökündini süzýärler, ýuwyarlar we 4-5 damja konsen-
trirlenen NH_3 ergini bilen işleýärler. Täzeden ýene süzýärler
we süzgüçden geçen ergine HNO_3 (1:1) erginini $\text{pH}=1-2$ -ä çenli
(ak çökündi emele gelýär) ýa-da KJ erginini guýýarlar (sary
çökündi AgI emele gelýär).

2. Azot kislotasy goşulan ergine 2-3 damja 2M HCl ergini guýýarlar. Amorf şekilli ak çökündi emele gelýär. Ony süzýärler, suw bilen ýuwyýarlar we 2-3 damja konsentirlenen NH_3 ergini bilen işleýärler. Alnan erginiň damjasyny predmet aýnasynyň üstünde ýerleşdirýärler. Birnäçe wagtdan, erediji uçup gidenden soň $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ -e degişli kristallar emele gelýär. Muny bolsa mikroskop astynda görmek bolýar.

Gurşun ionynyň täsirleşmeleri

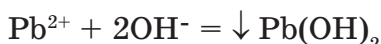
Gurşunyň iň ýaýran walentligi ikidir, ýagny Pb^{2+} ionydyr. Gurşun (II) gidroksidi amfoter häsiýetlidir. Pb^{2+} -iony kompleksleri emele getirmäge ukyplydyr. Onuň $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_4]^{2-}$ kompleksi praktikada köp ulanylýar. Ol gurşun sulfatyny (PbSO_4) asetatda eredilip alynýar.

$\text{Pb}^{2+} + 2\text{OH}^- = \text{Pb}(\text{OH})_2$ çökündi kislotalarda, sonuň ýaly-da aşgarda ereýär:

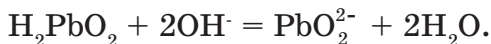
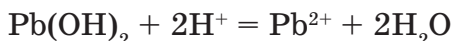


Ammiak reaksiwiň artykmaç mukdarynda eremeýän ak çökündini – gurşun gidroksidini emele getirýär.

1. **Aşgarlar** (NaOH , KOH) we ammoniý gidroksidi gurşunyň (Pb^{2+}) iony bilen ak çökündi (gurşun gidroksidini) emele getirýär:

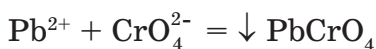


Çökündi kislotalarda we artykmaç aşgarlarda ereýär:



Emma gurşun gidroksidi ammiagyň artykmaç ergininde eremeýär.

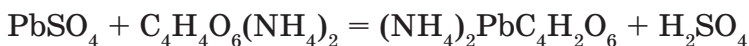
2. **Kaliý dihhromaty** ýa-da kaliý hromaty, ol gurşun(II) iony bilen örän az ereýän sary çökündi (gurşun hromatyny) emele getirýär ($\text{EKH} = 1,77 \cdot 10^{-1}$):



Açmaklygyn ýokary derejesi -20 mkg. PbCrO_4 çökündisi azot we duz kislotalarynda az ereýär, emma ammiakda, uksus kislotasynda we ammoniý tartratynda eremeýär. Çökündi natriý gidroksidinde we goýy azot kislotasynda ereýär:



Bu täsirleşme PbCrO_4 -i aşgarda eremeýän BaCrO_4 -den tapawutlandyrmaga kömek edýär. Gursunyň açylmagyna hromat ionlary bilen reňkli çökündi emele getirýän Ba^{2+} , Sr^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} , Ag^+ ionlary päsgel berýärler. Gursunyň ionyny şu kationlaryň bar bolan ýagdaýynda açmak üçin ony sulfat görnüşinde bölüp aýyrýarlar (bu ýagdaýda hem BaSO_4 we SrSO_4 çökündileri çökýärler). Sulfatlaryň çökündilerini gyzdýrmak bilen ammoniý tartratynda ýa-da asetatynda eredýärler. Şeýlelikde gursun kompleks birleşme görnüşinde ergine geçýär:

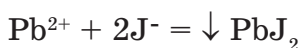


Alnan erginiň üstüne uksus kislotasy we $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ guýulsa, sary çökündi (PbCrO_4) emele gelýär.

Täsirleşmäniň ýerine yetirilişi: I. 2-3 damja gursunyň ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja 2M CH_3COOH goşýarlar, 2-3 damja natriý ýa-da ammoniý asetatynyň erginini we 2-3 damja $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ erginini goşmaly. Sary çökündi emele gelýär. Çökündini süzýärler we erginden aýyrýarlar. Çökündä 2-3 damja 2M NaOH erginini täsir etdirýärler. Çökündi ereýär.

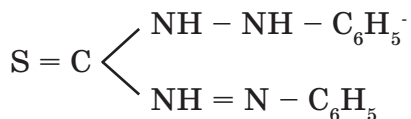
Päsgel berýän ionlaryň barlygynda 3-4 damja barlaýan erginimiziň üstüne 3-4 damja 2M H_2SO_4 guýýarlar we suw gursawynda gyzdyrýarlar. Emele gelen çökündini süzýärler, suw bilen ýuwyarlar we gyzdirmek bilen 3-4 damja 30%-li ammoniý asetatynyň ergini bilen işleýärler, süzýärler. Süzülip geçen erginiň üstüne 2-3 damja 2M CH_3COOH , CH_3COONa we $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ guýýarlar. Sary çökündi emele gelýär.

3. Kaliý ýodidi KJ gursun (II) iony bilen sary çökündini-gursunyň ýodidini emele getirýär:



Çökündi gyzdýrylanda aňsat ereýär we ergin sowadylanda bolsa ýene täzedden çökündi çökýär. Bu analitiki täsirleşmeleriň içinde iň owadanlarynyň biridir. Gursunyň açylmak derejesi -10 mkg. Täsirleşme saýlaýjy (selektiw) däl. Köp ionlar, meselem Ag^+ , $\text{Hg}(1)$, Cu^{2+} , Fe^{3+} , CrO_4^{2-} ýodid (J^-) iony bilen birleşýärler we şu täsirleşmeleriň geçmegine päsgel berýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: probirkada 2-3 damja gursunyň ionyny saklaýan erginiň üstüne 2 damja 2M CH_3COOH erginini we 2-3 damja KJ erginini guýýarys. Sary çökündi emele gelýär. Ergini gaýnaýança gyzdyrýarys we sowadýarys. Erginde altyn ýaly sary ýalpyldap duran kristallar, ýagny sary ýaprak görnüşli owadan çökündi emele gelýär.



4. Ditizon (difeniltiokarbazon). Aram we gowsak aşgar ergininde ditizon gursunyň iony bilen gyzyň reňkli içki kompleks birleşmesini emele getirýär. Açmaklyk derejesi $-0,8$ mkg.

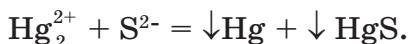
Gurşun ditizonaty suwda eremeýär, emma organiki eredişlerde (CCl_4 we CHCl_3) ereýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilisi: Probirka ýä-da bölüji kiçijik guýguja 2-3 damja gurşun (II) ionyny saklaýan ergini guýýarlar. Üstüne 2M NH_3 erginini tä pH=8-10-a çenli ýetýänçä guýýarlar we 2-3 damja 0,05% -li ditizonyň dört hlörly ugleroddaký erginini guýýarlar. Garyndyny 30 sekuntlap güýçli çaykaýarlar. Gurşunyň diňe bar bolan ýagdaýynda reagentiň ýaşyl reňki gyzyl reňke geçýär. Päs-gel berýän metallaryň ionlarynyň (Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu(I,II) , Ag^+ , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Hg(I,II) , Sn^{2+} we başgalar) diňe bar bolan ýagdaýynda 2-3 damja barlaýan erginimiziň üstüne bir damja 0,6% -li natriý sulfidini we 10% -li NH_3 erginini tä pH 8-10-a çenli ýetýänçä guýýarlar we 2-3 damja ditizonyň dört hlörly ugleroddaký erginini guýmaly, garyndyny çaykamaly. Gurşun ionynyň diňe bar bolan ýagdaýynda reagentiň ýaşyl reňki gyzyl reňke geçýär.

Simabyň (I) ionynyň täsirleşmeleri

Simabyň (I) duzunyň ergini iki sany toparlanmany –Hg –Hg – saklaýar. Dissosirleşende (ionlaşanda) iki sany çylşyrymly kationlary emele getirýärler $[\text{Hg}_2]^{2+}$, olarda simabyň okislenme derejesi bire deň – Hg^{1+} . Diýmek, iki položitel zarýad şol ionda simabyň iki atomyna degişli.

1. Kükürtwodorod H_2S we ammoniý sulfidi $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. Simabyň Hg_2^{2+} ionyny saklaýan erginiň üstüne sulfid iony goşulsa HgS -den we Hg –dan ybarat gara çökündi emele gelýär:

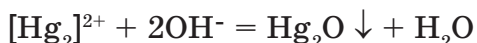


Okislenme derejesi +1-e deň bolsa hem, simap Hg_2^{2+} iony görnüşinde duş gelýär. Eo $2\text{Hg}^{2+} / 2\text{Hg}$ ululyklary biri-birine ýakyndyklaryna görä şeýle deňlikde bolýarlar:



Simabyň açylmak derejesi –5 mkg. Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 3-4 damja $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ ergininiň üstüne 2-3 damja ammoniý sulfidiniň erginini guýmaly. Gara çökündi emele gelyär.

2. Aşgarlar (NaOH we KOH) simabyň (I) ergininden gara çökündini, ýagny simabyň (I) oksidini emele getirýär:



Täsirleşmäni ýerine ýetirmek üçin 3-4 damja simabyň (I) ergininiň üstüne 2-3 damja natriý gidroksidini guýmaly we çökündiniň emele gelmegine syn etmeli.

3. Ammoniý gidroksidi NH_4OH simabyň (I) ergini bilen ak çökündi-amid birleşmesini emele getirýär:

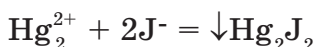


Çökündi dargap, metal simaby emele getirmek bilen, gara çökündi beryär:



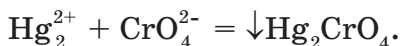
Täsirleşmäni ýerine ýetirmek üçin 4-5 damja simabyň (I) nitratynyň erginine 3-4 damja ammoniý gidroksidiniň erginini guýmaly we täsirleşmäniň netijesine seretmeli.

4. Kaliý ýodidi KJ. 4-5 damja simabyň (I) ionyny saklaýan erginiň üstüne 3-4 damja KJ erginini guýmaly.



Ýasylymtyl çökündi emele gelyär.

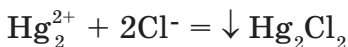
5. Kaliý hromaty K_2CrO_4 simabyň (I) ionyny saklaýan ergin bilen gyzyň çökündi (Hg_2CrO_4) emele getirýär:



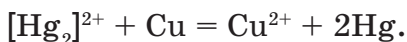
Çökündi aşgarlarda we gowsak azot kislotasynda eremeyär.

6. Simabyň ionyny simabyň metalyna çenli gaýtarmak:

a) bir damja simabyň (I) duzunyň erginine 2-3 damja SnCl_2 erginini guýanynda ak çökündi (Hg_2Cl_2) emele gelýär. Emele gelen çökündi gaýtarylýandygy sebäpli çalarýar:



b) eger-de $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ -niň erginiň bir damjasyny ýalpyldawuk mis metalynyň (ýa-da mis teňňesiniň) üstünde ýerleşdirseň we biraz saklasaň, onda mis metalynyň ýa-da teňňesiniň üstünde çal reňkli metal simabyň tegmili emele gelýär, ýagny teňňe simap metaly bilen örtülýär:



Eger-de bölünip çykan simaby suw bilen ýuwup we tegmili mata bölejigi ýa-da süzgüç kagyzy bilen arassalasaň, ýagny sürtelesen, onda ol ýalpyldap durýar.

Simabyň (II) ionynyň täsirleşmeleri

1. **Kükürtwodorod** H_2S ýa-da aşgar metallarynyň sulfidleri tursy gursawda (6-7 M HCl) HgS -iň gara çökündisini emele getirýärler. Hg «Patysa aragynda» ereýär, duz kislotasynda bolsa diňe okislendiriji (meselem, wodorodyň peroksidi) ýa-da kompleks emele getirýän ionlaryň gatnaşmagynda ereýär. Simabyň hemme duzlary zäherlidir.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja simabyň (II) ergininiň üstüne 3-4 damja konsentrirlenen HCl goşýarlar we 3-4 damja ammoniý sulfidiniň erginini guýýarlar (goşýarlar). Emele gelen ergini içi suwly gapda gyzdyrýarlar. Gara çökündi (HgS) emele gelýär. Çökündini süzmeli ýa-da sentrifugirlmeli. Çökündiniň bir bölegini başga probirka geçirmeli (iki probirka bölmeli). Birinji probirkadaky çökündini «Patysa aragynda» eretmeli, ikinji probirkadaky çökündini bolsa, HCl we KJ garyndysynda eretmeli.

2. Aşgarlar (NaOH we KOH) simabyň (II) ionyny saklaýan erginler bilen sary çökündi (HgO) emele getirýär, sebäbi ilki emele gelen simabyň gidroksidi durnuksyzdyr:



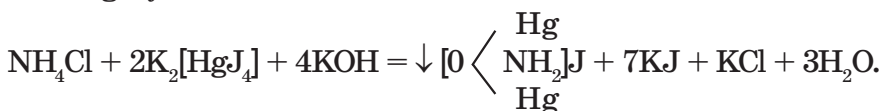
Ýa-da



Täsirleşmäni ýerine ýetirmek üçin 3-4 damja simabyň (II) duzuny almaly we onuň üstüne 2-3 damja NaOH ýa-da KOH erginini guýmaly. Sary çökündi emele gelýär. Çökündi aşgarlarda eremeýär, kislotalarda bolsa ereýär.

3. Kaliý ýodidi (KJ) simap (II) duzy bilen mämişi-gyzyl çökündi (HgJ₂) emele getirýär. Çökündi (HgJ₂) kaliý ýodidiniň artykmaç ergininde, tiosulfatyň ýa-da sianidiň ergininde durnukly berk kompleks birleşmäni emele getirýär.

[HgJ₄]²⁻ kompleks iony saklaýan erginiň üstüne NH₃ erginini ýa-da ammoniý ýodidini saklaýan duzy we goýy aşgar erginini guýsaň, degişli gyzyl-goňur reňkli çökündi emele gelýär:

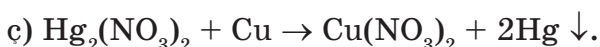


Şu reaksiýa Nesleriň täsirleşmesi diýlip atlandyrylýan täsirleşme Hg²⁺ we NH₄⁺ ionlaryny açmak üçin ulanylýar. Simap (II) ionynyň açylmak derejesi – 5 mkg.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi : 1-2 damja simabyň (II) ionyny saklaýan erginiň üstüne, damja-damjadan tä HgJ₂ çökündisi emele gelýänçä KI erginini damdyrýarlar. Soň emele gelen çökündiniň üstüne tä çökündi eräp, [HgJ₄]²⁻ iony emele getirýänçä artykmaç KI erginini guýýarlar. Emele gelen erginiň üstüne 1-2 damja NH₄Cl erginini we 1-2 damja 30% -li KOH erginini goşýarlar. Gyzylymtyl-goňur çökündi emele gelýär.

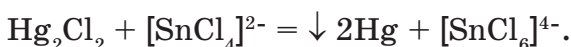
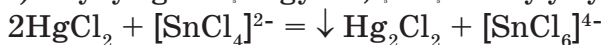
4. $[\text{Hg}_2]^{2+}$ -ionyny simap metalyňa çenli gaýtarmak. $[\text{Hg}_2]^{2+}$ ionyny gaýtarmak üçin Al, Zn, Cu, Fe we başga metallary, Sn (II), Fe^{2+} ionlaryny, dürli organiki maddalary: gliserini, garynja kislotasyny we başgalary ulanmak bolar.

$[\text{Hg}_2]^{2+}$ ionyny saklaýan erginden ýokarda sanalan metallaryň haýsy hem bolsa biriniň täsir etmeginden metal halyndaky simap bölünip çykýar:



Simabyň açylmak derejesi -2 mkg. Bu täsirleşme kümüşüň ionynyň bar bolan ýagdaýynda ulanylýar, wismut (III) ionyna täsir etmeýär.

Okislenme-gaýtarylma täsirleşmesini, duz kislotaly gursawda, Sn (II) ionynyň gatnaşmagynda, şu asakdaky ýaly ýazmak bolar:



Iki walentli galaýy hloridi Hg^{2+} kationyny bir walentli simaba çenli gaýtarýar we Hg_2Cl_2 (kalomel) emele gelýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 3-4 damja simabyň (II) ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja 4M HCl erginini we 2-3 damja galaýynyň (II) hloridiniň ergininden guýmaly. Ak çökündi- Hg_2Cl_2 emele gelýär: Emele gelen çökündi artykmaç guýlan erginiň täsirinden durdugyça çalaryp metal halyndaky simaby bölüp çykarýar.

5. Difenilkarbazon simabyň (II) duzunyň ergini bilen syýa reňkden gök reňke geçýän çökündi emele getirýär. Eger-de erginde kislotanyň mukdary köpelse, onda täsirleşmäniň duýgurlyk häsiýeti azalýar.

Aram ýa-da kislota gursawynda bir näçe agyr metallaryň ionlary (Cu, Fe, Co, Ni, Pb, Ag we başgalar) simabyň açylmagyna päsgel berýärler. Esasan hem Cr (VI) kationy güýçli päsgel berýär, sebäbi ol reagent bilen has dok reňkli birleşme

emele getirýär. Anionlar CN^- , Br^- , J^- we köp mukdardaky C- a hem päsgel berýärler. Eger erginde hromatlar we molibdatlar bolmasa, onda difenilkarbazon 0,2 M azot kislotasynda diňe simaba degişli saýlaýjy reagent bolup hyzmat edýär. Hromatlary kükürtli kislotanyň ýa-da natriý peroksidiniň kömegi bilen difenilkarbazon bilen täsirleşmeýän Cr^{3+} kationa çenli gaýtaryp bolar. Molibdatlary bolsa turşuja kislotasynyň kömegi bilen päsgel bermez ýaly edýärler.

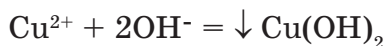
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1) 3-4 damja simabyň (II) ionyny saklaýan erginiň üstüne 3-4 damja 0,2 M HNO_3 erginini we 2-3 damja 1%-li difenilkarbazonyň etanoldaky erginini goşmaly. Simabyň ergininiň konsentrasiýasyna görä syýa reňkden gök reňke geçýän çökündi emele gelýär.

2) süzgüç kagyzynyň üstüne täze taýýarlanylýan 1%-li reagentiň ergininiň bir damjasyny ýerleşdirýärler we onuň üstüne analiz edýän erginimizden bir damja goşýarlar. Kagyznyň üstünde syýa reňkden başlap, gök reňke öwrülýän tegmil emele gelýär.

Mis ionynyň täsirleşmeleri

Mis suw erginlerinde ýönekeý ionlary emele getirýär: Cu^+ , Cu^{2+} , Cu^{3+} . Iň durnuklysy mis Cu^{2+} iony. Iki walentli misiň Cu^{2+} duzlary gök reňklidir.

1. Aşgarlar (NaOH ýa-da KOH) misiň (II) ionyny saklaýan ergine guýlanda asman reňkli çökündi ($\text{Cu}(\text{OH})_2$) emele gelýär. Çökündi gyzdýrylanda mis II oksidine (CuO) öwürülmegi sebäpli garalýar:



Mis (II) gidroksidi örän gowsak amfoter häsiýetini ýüze çykarýar, soňa görä-de aşgarlaryň artykmaç ergininde, esasan hem gyzdýrylanda az-owlak eräp, kupritleri (kompleks birleşme) emele getirýär:

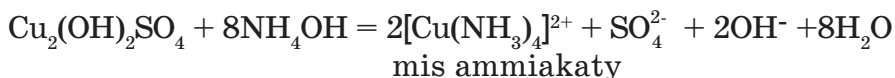
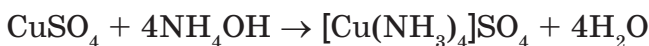


Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja misiň (II) duzunyň üstüne 2-3 damja natriý gidroksidiniň ýa-da kaliý gidroksidiniň erginini guýmaly. Çökündiniň bir böleginiň üstüne aşgar guýuň we içi suwly gapda gyzdyryň. Kuprit kompleks iony emele gelende erginiň reňkiniň gök reňke öwrülýändigine gözüňizi ýetiriň. Çökündiniň eýleki bölegini HCl-da ýa-da H_2SO_4 -de eredin.

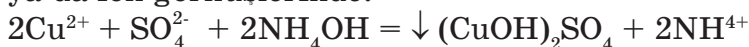
2. Ammoniy gidroksidi (NH_4OH) misiň (II) iony bilen ýasylymtyl reňkli esas duz (gidroksosulfat) emele getirýär:



Çökündi reaktiwiň artykmaç ergininde eräp, degişli gök reňkli kompleks duzy (tetraaminokupro (II) sulfat) emele getirýär:

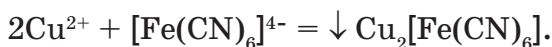


ýa-da ion görnüşlerinde:

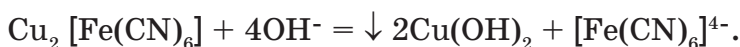


Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 3-4 damja misiň (II) duzunyň ergininiň üstüne gowsak ammoniy gidroksidiniň erginini ilki bilen tä ýasylymtyl reňkli çökündi emele gelýänçä (pH 9-a çenli) guýmaly, soňundan bolsa, emele gelen çökündi ereýänçä guýmaly. Emele gelen owadan gök reňk mis (II) ionynyň bardygyny görkezýär.

3. Kaliý geksasianoferraty (II) kaliý ferrosianiti pH=7 gursawda misiň (II) ionyny gyzylymtyl-goňur reňkli çökündi ($\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$) görnüşinde çökdürýär, täsirleşme ion görnüşde:



Çökündi gowşak kislotalarda eremeýär, emma ammiak-da eräp, misiň (II) ammiakly kompleks birleşmelerini emele getirýär. Oňa aşgar täsir etdirlende dargaýar:



Misiň (II) ionynyň açylmak derejesi -10 mkg. Täsirleşmäniň geçmegine Fe^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+} ionlary päsgel berýär, sebäbi bu ionlar hem reagent bilen reňkli çökündi emele getirýärler. Sonuň üçin görkezilen ionlary çak bilen bölüp aýyrýarlar ýa-da bu ionlary ereýän berk kompleks birleşmelerine öwürýärler. Eger-de misiň (II) iony erginde örän az bolsa, onda çökündi emele gelmän, ergin gyzylymtyl reňke öwrülýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja misiň (II) ionyny saklaýan erginiň üstüne (pH 7 bolmaly) 1-2 damja reagentiň erginini $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ guýmaly. Gyzyl-goňur reňkli çökündi emele gelýär.

4. Ammoniy tetrarodanomerhuriaty (II) uksus kislotasynyň gursawynda misiň (II) iony bilen sink ionynyň gatnaşmagynda izomorf görnüşli syýa reňkli $\text{Cu}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ we $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ kristallaryny emele getirýärler. Şu täsirleşme geçür ýaly misiň (II) duzunyň örän gowşak erginini almaly, ýogsam syýa reňkli çökündiniň ýerine sarymtyl-ýasyl çökündi ($\text{Cu}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$) emele gelýär. Misiň (II) ionynyň açylmak derejesi -2 mkg. Täsirleşme geçirilende Fe^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+} ionlary bolmaly däldirler, sebäbi bular hem reagent bilen reňkli birleşmeleri emele getirýärler. Täsirleşmäniň probirkada ýa-da mikrokristalloskopik usul bilen geçirmek bolar. Eger-de misiň (II) ionyny açmak mikrokristalloskopiýa usul arkaly geçirilende) $\text{Cu}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ birleşme (alynsa) ulanylsa, onda misiň (II) ionynyň açylmak derejesi diňe 5 mkg-a çenlidir.

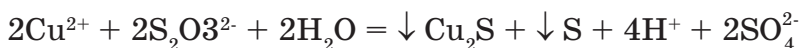
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: I) 1-2 damja misiň (II) ionyny saklaýan ergine, predmet aýnasynyň üstünde) ýa-da probirkada) 2-3 damja 1%-li sink asetatyny ýa-da sulfatyny we 2-3 damja reagentiň erginini guýmaly. Aýna

taýajygynyň kömegi bilen erginleri garyşdyrmaly. Misiň (II) ionynyň barlygynda syýa reňkli çökündi emele gelýär.

2) aýna predmetiniň üstünde misiň (II) duzunyň üstüne 30% -li CH_3COOH ergininiň damjasyny we reagentiň bir damjasyny goşýarlar. Netijede, emele gelen sarymtyl-ýaşyl reňkli $\text{Cu}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ kristallara – iňne şekilli ýyldyzjyklara mikroskop astynda seretmeli.

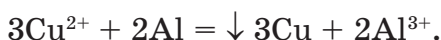
5. Natriý tiosulfaty $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Kislota gursawda misiň (II) duzunyň erginine, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ duzunyň ergini goşulanda, kompleks duzunyň emele gelmegi sebäpli ergin reňsizlenýär.

Eger-de alnan ergini gyzdysak, onda gara-goňur çökündi bilen, kükürdiň garysyk çökündisi emele gelýär:



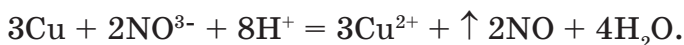
Bu täsirleşmäni misiň (II) ionyny Cd^{2+} ionyndan bölüp aýyrmak üçin ulanmak bolar, sebäbi tursy gursawda Cd^{2+} iony sulfid iony bilen birleşmeýär we kadmiý sulfidini emele getirmeýär.

6. Alýuminiý, demir we sink metallary misiň (II) ionyny mis metalyna çenli gaýtarýarlar. Mis metaly gyzyň çökündi görnüşinde bölünip çykýar:



Şu täsirleşme ýene-de misiň (II) ionyny Cd^{2+} ionyndan bölüp aýyrmak üçin ulanylyp bilner. Sebäbi kadmiý metaly H_2SO_4 -de ereýär, emma mis metallaryň aktiwlik hatarynda wodoroddan soňda ýerleşenligi üçin eremeýär we gowsak H_2SO_4 -üň bar bolan ýagdaýynda çökýär.

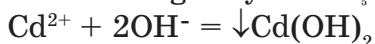
Mis HNO_3 -de aňsat ereýänligi sebäpli çökündi emele getirmeýär:



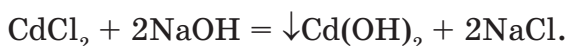
Şeýlelikde, misiň (II) ionyny kadminiň (II) ionyndan bölüp aýyrmazdan öň HNO_3 -i erginden doly aýyrmaly. Onuň üçin ergini H_2SO_4 -üň gatnaşmagynda bugartmaly.

Kadmiý ionynyň täsirleşmeleri

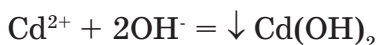
1. Aşgarlar (NaOH we KOH) kadminiň iony bilen ak çökündi emele getirýärler. Çökündi kislotalarda ereýär.



ýa-da



2. Ammiak (NH_4OH) Cd^{2+} iony bilen $\text{Cd}(\text{OH})_2$ -niň çökündisini emele getirýär we çökündi ammiagyň artykmaç ergini bilen kadminiň ammiakly kompleksini emele getirýär:



$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ -den tapawutlanyp, $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ reňksizdir. Bu kompleksleriň emele gelmegi analiz geçirilende mis (II) we kadmiý (II) ionlaryny Bi^{3+} ionyndan bölüp aýyrmak üçin ulanylýar, sebäbi bu ýagdaýda, ýagny NH_4OH bilen Bi^{3+} iony ammiagyň artykmaç ergininde eremeýän esas duz emele getirýär.

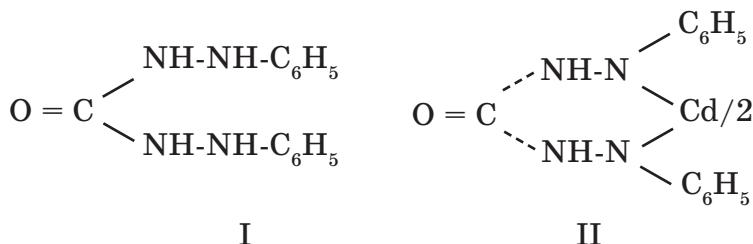
3. Kükürtwodorod ýa-da aşgar metallaryň sulfidleri $\text{pH} \sim 0,5$ gursawda kadminiň iony bilen sary çökündi (kadminiň sulfidini) emele getirýärler. Çökündi natriniň sulfidinde eremeýär, emma güýçli duz we azot kislotalarynda ereýär:



Kadminiň açylmak derejesi -100 mkg. Şu ýagdaýda Cd^{2+} ionyny eremeýän sulfidleri emele getirýän birnäçe metallaryň ionlary Cu^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} , Sn (II, IY), Sb (III, Y) we başgalar päsgel berýärler.

Täsirleşmäni ýerine ýetirmek üçin 1-2 damja kadminiň ionyny saklaýan erginiň üstüne, bir damja natriý sulfidiniň erginini damdyrýarlar. Sary çökündi emele gelýär.

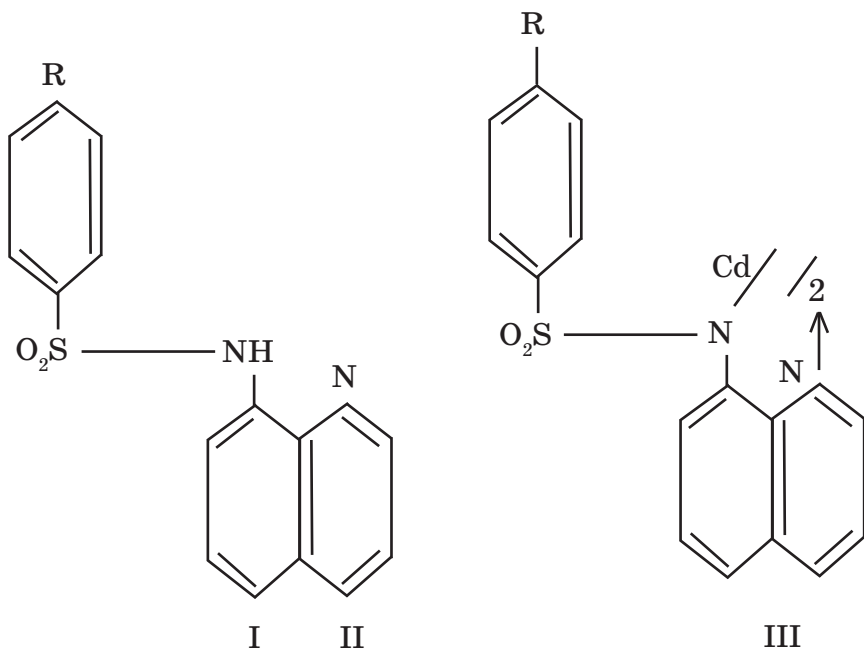
4. Difenilkarbazid (I) aram we gowsak tursy gursawda kadminiň iony bilen gök-syýa reňkli ýa-da gyzyly-syýa reňkli çökündi emele getirýär. Şeýlelikde, görnüşine görä difenilkarbazid bilen düzümi (II) görnüşli kompleks birleşmesi emele gelýär. Bu bolsa difenilkarbazidiň okislenmesiniň netijesinde emele gelen birleşmedir.



Kadminiň açylmak derejesi –100 mkg. Misiň (II), simabyň (II), gursunyň (II) kationlarynyň päsgel bermek häsiýetlerini ýodid ýa-da tiosianid goşmak bilen aýyrýarlar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: Süzgüç kagyzynyň üstüne difenilkarbazidiň doýan ergininiň damjasyny guýup, bir damja kadminiň duzunyň erginini damdyrýarlar we 2-3 minut ammiagyň goýy erginini saklaýan çüýşäniň agzyna tutýarlar, gögümtil-syýa reňk emele gelýär. Päsgel berýän ionlaryň barlygynda täsirleşmäni şeýle geçirmek bolar, ýagny doýgunrak etanol ergininiň üstüne tä ergin doýgun bolýança gaty KSCN we KJ goşýarlar. Şu ergini süzgüç kagzyna sordurýarlar we guradýarlar. Soň täsirleşmäni ýokarda görkezilişi ýaly geçirýärler.

5. Lýuminessent täsirleşmesi: (Benzolsulfonilamin) hinolin I-niň ýa-da (II-toluolsulfonilamin) hinilin II-niň, pH=8 gursawda kadminiň iony bilen emele getiren kompleks birleşmesi (III) açyk-ýaşyl reňkli ýagtylanma berýär.



Ýagtylyk goýbermekligiň iň ýokary wagty 1-2 minut.

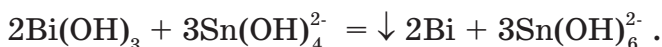
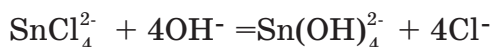
Kadmiý üçin lýuminessent täsirleşmesini probirkada ýa-da süzgüç kagzynda geçirmek bolar. I bilen açmaklygyň derejesi (0,03 mkg) II bilen açmaklyga den (0,05 mkg.) garranda azdyr. Ýagtylanmagy Fe/II, III), Co^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} ionlary azaldýarlar. Şu kationlaryň täsirini azaltmak üçin kadminiň birleşmesini hloroform bilen ekstragirleýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1. Probirkada 2-3 damja kadmiý ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja 25%-li ammiak erginini (pH-8-e çenli), 3-5 damja 0,01%-li etanolly (asetonly) reagentiň I ýa-da II erginini guýýarys. 1-3 minutdan ultramelewşe ýagtylygynda ýaşyl flýuoressensiýa syn etmek bolar. Eger-de ekstraksiýany pH-8 gursawda geçirmek gerek bolsa, onda analiz edilýän erginimiziň üstüne I sm³ hloroform guýýarlar. Ekstragirlemekligi 1-2 minutyň dowamynda geçirýärler we ekstaktyň ýaşyl ýagtylanma berýändigine gözegçilik edýärler.

2. Süzgülç kagyzyň üstüne bir damja barlaýan ergini-mizden damdyrýarlar. Onuň üstüne 25% -li ammiak ergini-ni we bir damja 0,01% -li reagentiň etanolly (asetonly) er-ginini damdyrýarlar. Ultramelewşe ýagtylygynyň täsirinden tegmiliň ýaşyl flýuoressensiýany berýändigine syn etmeli.

Wismut ionynyň täsirleşmeleri

1. Galaýy (II) hloridi aşgar gursawynda wismut (III) ionyny tä metal ýagdaýyna çenli gaýtarýar (gara reňkli çökündi):



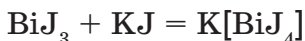
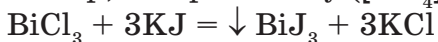
Täsirleşme geçirilende goýy aşgary guýmakdan we gyz-dyrmakdan gaça durmaly, sebäbi bu ýagdaýda galaýynyň (II) gidrokompleksi dargap, gara çökündiniň, ýagny galaýy metalynyň emele gelmegi mümkin:



Eger-de artykmaç aşgar örän az bolsa, onda wagtyň geçmegi bilen gara çökündi – galaýy oksidi emele gelýär. Wismutyň açylmak derejesi –20 mkg.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja galaýynyň (II) ionyny saklaýan ergine, damja-damjadan 30% -li nat-riý gidroksidiniň erginini tä galaýynyň (II) gidroksidi emele gelýänçä guýmaly we soň guýmaklygy tä emele ge-len çökündi ereýänçä dowam etmeli. Emele gelen erginiň üstüne bir damja wismutyň nitratyny damdyrmaly. Gara çökündi emele gelýär.

2. Kaliý ýodidi. Tursy gursawda wismutyň (III) iony bi-len kompleks birleşmäni BiZn(3-n)^+ (pH =1-6) emele getir-ýär. Düzümi BiJ_3 bolan gara çökündi, KJ artykmaç ergi-ninde eräp, kompleks iony ($[\text{BiJ}_4]^-$) emele getirýär:



$[\text{BiJ}_4]^-$ ionyny saklaýan ergini has gowsatsak, ýagny köp suw guýsak, onda mämişi çökündi, BiOJ duzy emele gelýär:



Wismutyň açylmak derejesi – 0,5 mkg.

8 oksihinolin kompleks iony $[\text{BiJ}_4]^-$ bilen suwda eremeýän mämişi-gyzyl reňkli birleşme (OX HBiJ_4) emele getirýär. Täsirleşme geçirilende J^- iony bilen çökündi emele getirýän Ag^+ , Pb^+ , Hg(I) ionlary erginde bolmaly däldi. Şunuň ýaly-da J^- ionyny tä J_2 -ä çenli okislendirýän okislendirijiler bolmaly däldir. Okislendirijileriň okislendirmek häsiýetlerini ergine $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ýa-da SnCl_2 goşmak bilen aýyrmak bolar. Täsirleşmäni damja usuly bilen hem ýerine ýetirmek bolar. Wismutyň açylmak derejesi – I mkg.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1. 3-5 damja wismutyň (III) ionyny saklaýan erginiň üstüne, damjalap KJ erginini güýýarys. Ilki bilen çökündiniň emele gelişine we soňra bolsa artykmaç KJ guýulanda çökündiniň eräp, erginiň mämişi reňke öwrülişine gözegçilik ediň!

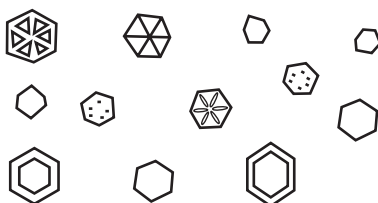
2. Süzgüç kagyzynyň bölejigini ZnCl_2 ergini bilen ölleýärler we şondan soň wismutyň (III) ionyny saklaýan ergini we reagentiň erginini (8-oksihinolin we KJ 1:I gatnaşygynda) damdyrýarlar. Kagyzyn üstünde mämişi-gyzyl reňkli tegmiliň emle gelmegi wismutyň bar bolan ýagdaýyny görkezýär.

3. Lüminessent täsirleşmesi: Duz kislotasy wismut ionlary bilen 1-8 M HCl gursawynda $[\text{BiCl}_5]^{2-}$ kompleksini we 8-11 M HCl gursawynda $[\text{BiCl}_6]^{3-}$ kompleksini emele getirýär. Wismutyň (III) ionyny saklaýan duzuň turşy gursawdaky doňdurylan ergini pes temperaturada gök asman reňkli ýagtylanmany berýär. Wismut (III) ionyň açylmak derejesi – 0,03 mkg. Täsirleşmäniň geçmegine aşgar we aşgar-ýer metallary we şunuň ýaly-da Mg^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe(III) , As(III) , Sn(II) , Cd^{2+} , Cu^{2+} ionlarynyň mukdary

1000 gezekden hem köp bolsa päsgel bermeýärler.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: süzgüç kagyzynyň üstüne wismutyň (III) ionyny saklaýan ergini we bir damja 2M HCl erginini damdyrmaly. Öl tegmilli kagzy jübtek bilen tutup, Dýuaryň gabynda saklanýan suwuk azota batyryp, 20-30 sek saklamaly. Doňdurylan tegmil wismutyň barlygynda asman reňkli gök ýagtylanma berýär.

4. Mikrokristalloskopik täsirleşme: Kompleks $[\text{BiCl}_5]^{2-}$ iony Cs^+ we Rb^+ ionlary bilen altyburçly, mämişi-gyzyl reňkli kristallary emele getirýär (10-njy surat).



10-njy surat.
 Cs_2BiJ_5 w $2,5 \cdot \text{H}_2\text{O}$ kristallary.

Wismutyň açylmak derejesi – 0,13 mkg. Şuňa meňzes kristallary Sb (III) iony hem emele getirýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: Wismutyň (III) ionyny saklaýan bir damja erginiň üstüne 2M HCl ergininiň kiçijik damjasyny, bir damja KJ erginini we CsCl ýa-da RbCl kristallaryny goşmaly. Mikroskopyň asagynda mämişi-gyzyl kristallaryň emele gelsine gözegçilik etmeli.

7.6. KATIONLARYŇ BÄŞINJI TOPARY

Mysýak ionlarynyň täsirleşmeleri. Mysýak (III), esasan hem erginde AsO_3^{3-} ýa-da AsO_4^{3-} anionlary görnüşde bolýar. Şu anionlary saklaýan ergine kislota goşulsa, onda anionlar As (III) kationyna öwrülýär. As (III) ionynyň goýulygy käbir täsirleşmeleriň geçmegi üçin ýeterlidir.

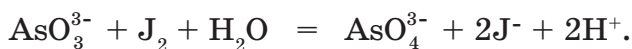
Mysýak (VI), esasan, diňe AsO_4^{3-} (ýa-da HAsO_4^{2-}) anionlaryny emele getirýär. Bularyň hemmesi suw ergininde reňksizdirler. Mysýagyň birleşmeleri örän güýçli awudyrlar.

Arsenit ionynyň täsirleşmeleri

1. Kümüş nitraty (AgNO_3) AsO_3^{3-} iony bilen sary çökündini (Ag_3AsO_3) emele getirýär. Çökündi HNO_3 -de we NH_4OH -da ereýär. NH_4OH -da erände kompleks ion ($[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$) emele gelýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: Natriý arsenitiniň 3-4 damja ergininiň üstüne 2-3 damja AgNO_3 erginini guýmaly. Çökündiniň emele gelşine syn etmeli.

2. Ýoduň ergini (I_2) hemme arsenitleri, arsenatlara okislendirýär. (AsO_3^{3-} iony AsO_4^{3-} iona okislendýär).



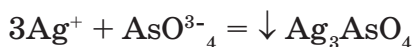
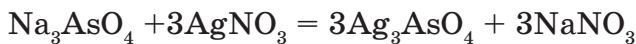
Täsirleşmäniň netijesinde ýoda mahsus bolan goňur reňkiň aýrylýandygyny aňsat görmek bolýar. Wodorod ionyny (H^+) birleşdirip, täsirleşmäniň deňagramlylygyny saga tarap süýsürer ýaly täsirleşmä natriý gidrokarbonatyny goşýarlar:



Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: probirkadaky 2-3 damja Na_3AsO_3 ergininiň üstüne az mukdarda gaty NaHCO_3 goşmaly, ol eränden soň bolsa 1-2 damja ioduň erginini damdyrmaly. Täsirleşmäniň netijesinde erginiň reňkiniň ýitýändigine gözegçilik ediň!

Arsenat ionynyň täsirleşmeleri

1. *Kümüs nitraty* (AgNO_3) . iony bilen goňur-şokolad reňkli Ag_3AsO_4 çökündisini emele getirýär. Çökündi HNO_3 -de we NH_4OH -da ereýär:

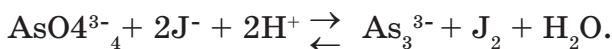


Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 3-4 damja Na_3AsO_4 ergininiň üstüne 2-3 damja AgNO_3 erginini guýmaly we täsirleşmäniň geçişine gözegçilik etmeli.

2. *Kaliý ýodidi* (KJ) AsO_4^{3-} iony bilen okislenip, ýod sada halyna bölünip çykýar, soňa görä-de erginiň reňki goňur reňke öwrülýär:



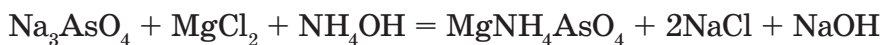
ýa-da



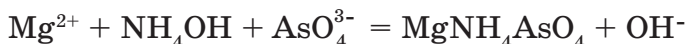
Bu täsirleşme ýokarda seredilen J_2 bilen AsO_3^{3-} ionynyň arasynda geçen täsirleşmäniň tersine bolup, onuň geçmegi üçin H^+ ionynyň goýulygyny köpeltmek talap edilýär. Bu bolsa täsirleşmäniň doly saga tarap süýsmegini üpjün eder.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja Na_3AsO_4 ergininiň üstüne 1-2 damja 5N HCl, 3-4 damja benzol (ýa-da benzin) guýmaly we çaykamak bilen KJ erginini damjalap damdyrmaly. J_2 suwa garanynda benzolda gowy ereýär we soňa görä-de, benzolyň halkasyny degişli syýa reňke öwürýär. Bu ýerde ýoduň benzol bilen ekstraksiýasy bolup geçýär, ýagny J_2 benzol (ýa-da benzin) bilen ekstragirlenýär.

3. *Magneziýa garyndysy* ($\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$) ýa-da magniý duzunyň NH_4OH -ny we NH_4Cl -yň gatnaşmagynda arsenat iony bilen ak kristal şekilli $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ çökündini emele getirýär:



ýa-da

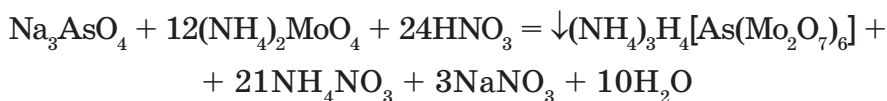


Su täsirleşme Mg^{2+} ionyny açmak üçin ulanylan täsirleşmä meňzeşdir. Ondan tapawudy PO_4^{3-} ionynyň ýerini, soňa meňzeş bolan iony tutýar.

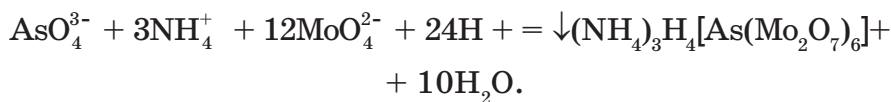
Arsenit ion bu reagentler bilen çökündi emele getirmeyär. Şonuň üçin bu täsirleşmäni arsenit ionynyň barlygynda hem arsenat ionyny açmak üçin ýa-da olary biri-birinden bölüp aýyrmak üçin ulanýarlar.

Täsirleşmäni yerine ýetirmek üçin 2-3 damja arsenat ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja magneziýa garyndysyny guýmaly. Eger gerek bolsa, birnäçe wagt rahat goýup garaşmaly.

4. *Molibden suwuklygy* (ammoniy molibdatynyň $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ azot kislotasyndaky ergini) AsO_4^{3-} iony bilen ammoniy arsenomolibdatynyň sary kristal çökündisini emele getirýär:



ýa-da



Çökündi arsenat ergininde aňsat eräp, kompleks aniony emele getirýär. Beýleki täsirleşmeler bilen deňeşdirilende bu täsirleşmäni geçirmek üçin köp ergin gerek bolýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: Probirkadaky 2-3 damja arsenatyň ergininiň üstüne 10-25 damja molibden suwuklygyny guýmaly, az mukdarda gaty görnüşde ammoniý nitratyny (täsirleşmäniň duýgurlygyny köpelder ýaly) goşmaly we birnäçe minutlap içi suwly gapda gyzdymaly.

Çökündi azot kislotasynda eremeýär, ýöne iýiji aşgarlarda we ammiakda aňsat ereýär. PO_4^{3-} iony hem şuna meňzes çökündi $(\text{NH}_4)_3\text{H}_4[\text{P}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6]$ emele getirýär. Ýöne bu çökündileriň tapawudy $(\text{NH}_4)_3\text{H}_4[\text{P}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6]$ suwuklykda adaty temperaturada emele gelýär. $(\text{NH}_3)_4\text{H}_4[\text{As}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6]$ çökündini almak üçin ergini tä gaýnaýança gyzdymaly bolýar.

Sürme ionlarynyň täsirleşmeleri

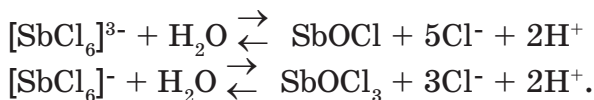
Sürme hem mysýak ýaly iki hili birleşme emele getirýär. Şolaryň birinde ol üç walentli, beýlekisinde baş walentlidir. Olaryň duzlary reňksizdirler we wismutyň duzlaryna garanynda güýçli gidrolizleşýärler:



Sürme (III) ionynyň täsirleşmeleri

1 Suwuň täsiri (gidroliz). Sürme (III) ionyny saklaýan sürme duzunyň ergininiň birnäçe damjasyny suw bilen güýçli gowşatmaly. Ak çökündi, ýagny stibil hloridi ýa-da antimonil hloridi (SbOCl) çökýär.

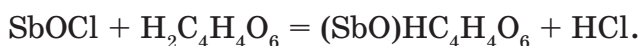
Sürme tursy duz kislotasynyň ergininde kompleks ionlar görnüşinde bolýarlar, ýagny $[\text{SbCl}_6]^{3-}$ we $[\text{SbCl}_6]^-$.



Ol erginleriň bitaraplaşmagynda sürmäniň esas duzlary çökýär. Sürmäniň kompleks duzlary reňksizdir.

Sb (III) iony suw erginlerinde natriý antimonaty (Na_3SbO_3) görnüşinde bolýar. Tursy erginlerde bolsa kompleks anion görnüşinde ($[\text{SbCl}_6]^-$) bolýar.

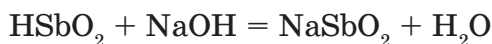
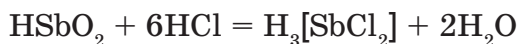
Bu täsirleşme Bi^{3+} ionyna degişli bolan täsirleşmä meňzeşdir. Artykmaç HCl guýup gyzdyrylanda çökündi ereýär. BiOCl -dan tapawudy SbOCl çakyr kislotasynda eräp, aşgarlaryň hem kislotalaryň artykmaç mukdarynda ereýän we ammiakda eremeýän degişli esas duz, ýagny $\text{Sb}(\text{OH})_3$ -üň esas duzyny emele getirýär:



2. Iýiji aşgarlar we NH_4OH sürmäniň (III) duzy bilen ak çökündi-metasürme kislotasyny emele getirýärler:

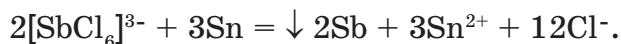


Emele gelen çökündini iki bölege bölüp, biriniň üstüne haýsy hem bolsa bir güýçli kislota guýmaly, beýlekisine bolsa güýçli aşgar guýmaly. Iki ýagdaýda-da çökündi ereýär (bu nähili ýagdaýy ýüze cykarýar?).



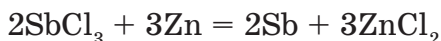
3. Metallar. Metallaryň aktiwlik hatarynda sürmeden çepde duranlary sürme (III) ionyny metal şekilli sürmä çenli gaýtaryp bilýärler:

a) galaýy bilen gaýtarmak. Bir bölejik galaýynyň (folganyň bölejiginiň plastinkasynyň) üstüne bir damja sürme (III) duzunyň erginini damdyrmaly we biraz wagt goýmaly. Metal şekilli sürmäniň gara tegmili emele gelyär:



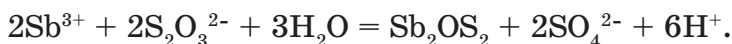
Sürme (III) ionyň açylmak derejesi – 0,2 mkg. Täsirleşmäniň geçmegine mysýagyň (III,V) ionlary päsgel berýärler, sebäbi olar hem galaýy bilen metal şekilli mysýaga cenli gaýtarylýarlar. Sürmäniň metaly mysýagyň metalyndan tapawutlanyp, ol NaBrO ergininde eremeýär.

b) sink bilen gaýtarmak. Platina plastinkasynyň üstüne 1-2 damja sürmäniň (III) erginini ýerleşdirmeli we onuň üstüne sink metalyňyň bölejigini goýmaly. Sink metalyňy platina plastinkasy bilen ýan-ýana goýmaly. Şeýlelikde, galwaniki jübüt emele gelyär. Otrisetel zarýadlanan elektrod Zn bolýar, položitel zarýadlanan elektrod bolsa Pt bolýar. Sinkden berlen elektrony platina sürmä geçirmek bilen, sürme metal görnüşde bölünip çykýar. Platina plastinkasynyň üstünde gara reňkli tegmil emele gelyär. Galaýydan tapawutlylykda sürme HCl-da eremeýär, emma HNO₃-de ereýär.



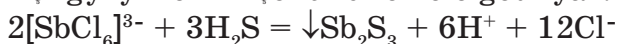
Sürmäniň (III) birleşmesini gaýtarmak üçin tursy gursawda bulardan başga-da Mg, Fe we ş.m. metallary almak bolar, ýagny aktiwlik hatarynda sürmeden öňde duran metallary almak bolar.

4. Natriý tiosulfaty Na₂S₂O₃ sürmäniň (III) duzlary bilen gyzdyrylanda gyzyň çökündi Sb₂OS₂ sürmäniň kükürtoksidini emele getirýär:

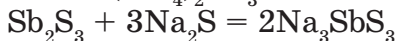


Bi ionynyň bar bolan ýagdaýynda gara çökündi çökýär, ol bolsa sürmäniň kükürtli okisiniň reňkiniň ýüzüni yapýar.

5. Kükürtwodorod ýa-da aşgar metallaryň sulfidleri güýçli tursy gursawda sürmäniň (III) duzlary (SbCl₃) bilen mämishi-gyzyň reňkli çökündi emele getirýär:



Çökündi Na_2S -de we gyzdyrylanda iýiji aşgarlarda ereýär, emma $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -de eremeýär (mysýakdan tapawudy):



Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2 damja sürmäniň (III) ionyny saklaýan erginiň üstüne, bir damja natriý sulfidini damdyrmaly. Mämişi-gyzyl çökündi emele gelýär.

Sürme (V) ionynyň täsirleşmeleri

1. Suwuň täsiri. Eger-de biz sürme (V) duzuny suw bilen gowşatsak, ak çökündi, ýagny sürmäniň esas duzy SbO_2Cl emele gelýär:



Çökündi duz kislotasynyň artykmaç mukdarynda ereýär.

2. Iýiji aşgarlar NaOH , KOH we ammiak sürmäniň (V) duzy bilen ak çökündi-metosürme kislotasyny emele getirýär:



3. Sn, Zn, Mg, Al we Fe metallary sürmäniň (V) duzunyň erginine, sürmäniň (III) duzuna täsir edişleri ýaly täsir edýärler. Olar metallaryň aktiwlik hatarynda sürmeden çepde durýanlygy üçin sürmäni duzlaryndan gysyp cykarýarlar:



Tejribäni geçirmek: 5-6 damja sürme (V) duzunyň ergininden probirka salmaly. Üstüne 2-3 damja konsentrirlenen HCl -dan goşmaly. Soňra birnäçe bölejik Mg (ýa-da demir çüýjagaz) atmaly we gyzdyrmaly. Şonda gara köpürjik görnüşli çökündi – sürme metaly çökýär.

4. Kükürtwodorod ýa-da aşgar metallaryň sulfidleri

güýçli kislota gursawynda sürmäniň (V) duzlaryna, sürmäniň (III) duzlarynyň ergini täsir edişleri ýaly täsir edýärler. Bu ýerde hem mämişi-gyzyl çökündi emele gelýär:



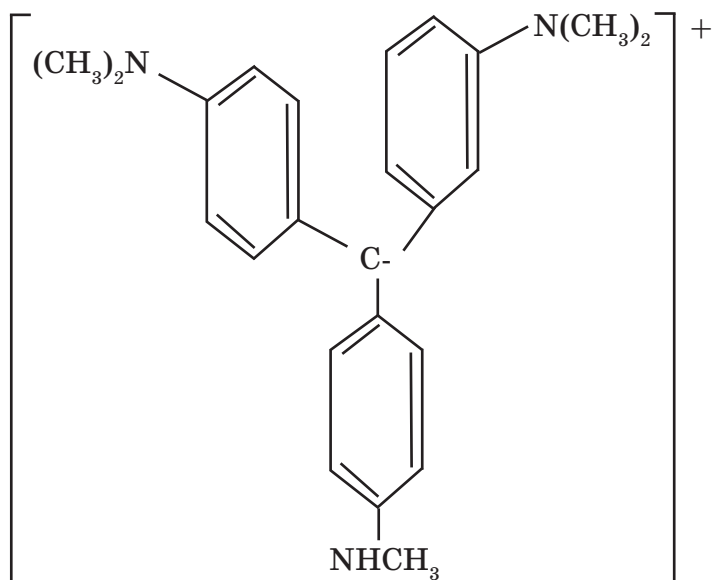
Mysýagyň (III,V) sulfidlerinden tapawutlanyp, Sb_2S_3 we Sb_2S_5 sulfidleri gyzdyrylanda goýy HCl-da ereýärler, emma ammoniý karbonatynda eremeýärler:



Sürme (V) ionyň açylmak derejesi – 0,25 mkg.

Täsirleşmäniň ýeirne ýetirilişi. 2 damja sürmäniň (V) ionyny saklaýan erginiň üstüne bir damja goýy HCl we bir damja hem natriniň sulfidini damdyrmaly. Mämişi-gyzyl çökündiniň emele gelsine syn etmeli.

5. Metilfiolet duz kislotasynyň ergininde sürmäniň (V) iony bilen suwda kyn ereýän, syýa reňkli ownuk kristal şekilli birleşme emele getirýär:



Sürmăniň açylmak derejesi 0,5 mgk, aňryçäk gowşadylmagy bolsa 1: 107-ä deňdir. Täsirleşmeler gowşadylan erginlerde gowy geçýär, şol sebäpli nusga – analiz edilýän erginden bir damjadan köp almaly dälir.

Tejribäniň geçirilişi: Sb(III) duzunyň ergininden bir damja almaly, oňa iki damja konsentrlenen HCl ergininden goşmaly. Üç walentli sürmäni baş walentli sürmä çenli okislendirmek üçin 1-2 damja KNO₃-iň ergininden goşmaly we 1 minut çaykamaly. Soňra kaliý nitratynyň artykmaç mukdaryny dargatmak üçin damjadan moçewinanyň erginini goşmaly. Moçewina köpürjikleme gutarýança gosulýar. Soňra 2-3 damja 0,05% -li metilfiolet ergininden goşmaly we bulamaly. Ýagtylykda görünýän syýa reňk peýda bolýar.

Kompleks birleşme benzolyň kömegi bilen ekstragirlenýär. Sürmäniň (III) iony şunuň ýaly assosiaty emele getirmeyänligi sebäpli, ony kaliý nitritiniň kömegi bilen sürme (V) iona çenli okislendirýäler. Sürme (V) ionyň açylmak derejesi – 10 mkg. Fe(III), Hg(II), Bi(III),

W(VI) ionlary sürme (V) ionyň açylmagyna päsgel berýärler, sebäbi bularyň hlorly kompleksleri rodamin C bilen meňzeş birleşmeleri emele getirýär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: Täsirleşme bir wagtyň özünde iki probirkada geçirilýär. Bir probirka bir damja sürmäniň (III) ionyny saklaýan erginleri ýerleşdirýär. Beýlekä bolsa bir damja 2M HCl erginini ýerleşdirýärler. Iki probirka hem 2 damjadan goýy duz kislotasyny, azajyk gaty natriý (kaliý (nitritini) sürme (III) ionyny sürme (V) ionyna çenli okislendirmek üçin), bir damjadan rodamin C erginine we 5-7 damja benzol damdyrmaly. Probirkalary dyky bilen baglap, 2-3 min. çäýkamaly. Sürmäniň organiki bölegi gyzyly-syýa reňke reňklenýär. Deňeşdirmek üçin geçirilen probirkadaky tejribe (boş tejribe) bolsa benzol gatlagyny açyk-gyzylymytyl reňke öwürýär.

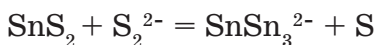
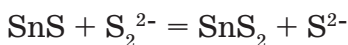
Galaýy ionlarynyň täsirleşmeleri (Galaýy duzlarynyň suwdaky erginleri reňksizdirler)

Galaýy (II) ionynyň täsirleşmeleri

1. Kükürtwodorod güýçli kislota gursawynda (2M HCl) galaýy (II) iony bilen goýy goňur reňkli çökündini emele getirýär:

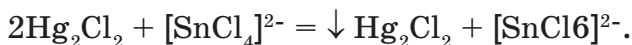


Galaýy (II) ionyň açylmak derejesi –1,5 mkg. V toparyň başga sulfidlerinden tapawutlanyp, SnS esas häsiýete eýedir we Na₂S-de eremeyär. Emma ol ammoniý polisulfidinde (NH₄)₂S₂ oňat ereýär, sebäbi SnS polisulfid bilen okislenip, SnS₂ - emele getirýär. Ol hem eräp, tioduzy emele getirýär:

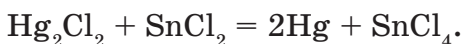


Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja galaýy (II) ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja 2 M HCl ergini ni goşmaly we onuň üstünden H_2S goýbermeli. Goýy goňur reňkli çökündi emele gelýär. Çökündini süzüp aýyrýarlar we onuň üstüne birnäçe damja $(NH_4)_2S_2$ -niň erginini damdyrýarlar. Çökündi ereýär. Alnan erginiň üstüne turşy gursawa çenli 2 M HCl erginini goşýarlar. Altyn ýaly sary reňkli SnS_2 çökündisi çökýär.

2. Simabyň (II) hloridi. Galaýynyň (II) iony duz kislotasynyň gursawynda simabyň (II) ionyny simabyň (I) ionyna çenli gaýtarýar. Täsirleşmäniň netijesinde ak çökündi Hg_2Cl_2 (kalomel) emele gelýär:



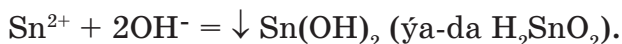
Erginde artykmaç galaýynyň (II) iony bar bolsa, onda emele gelen ak çökündi (kalomel) ýuwaş-ýuwaşdan garylýar, sebäbi simap (I) iony metal şekilli simaba çenli gaýtarylýar:



Galaýynyň açylmak derejesi – 12,5 mkg.

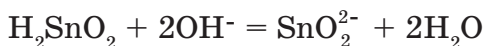
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 2-3 damja duz kislotasynyň ergininde saklanýan galaýy (II) ionyna, bir damja simap (II) nitratynyň erginini goşmaly. Ak atlaz ýaly çökündi (Hg_2Cl_2) emele gelýär we durdugyça ýuwaş-ýuwaşdan garylýar.

3. Iýiji aşgarlar KOH, NaOH we NH_4OH galaýynyň (II) iony bilen ak çökündi ($Sn(OH)_2$) emele getirýär:



Çökündi kislotalarda we aşgarda ereýär (barlap görüň).

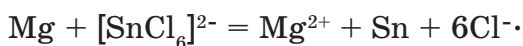
Aşgarda erände stannitleri (SnO_2^{2-} ionyny) emele getirýär:



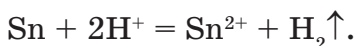
Galaýy (II) iony ammiak ergini bilen hem $\text{Sn}(\text{OH})_2$ çökündisini emele getirýär. Çöküdi artykmaç alnan NH_4OH -da eremeýär.

Galaýy (IV) ionynyň täsirleşmeleri

1. **Metallar** bilen galaýynyň (IV) ionyny galaýynyň (II) ionyna öwürmek. Demir metaly galaýynyň (IV) ionyny diňe galaýynyň (II) ionyna öwürüp bolýar. Magniý we alýuminiý metallary erginde kislota ýetmezçilik eden wagtynda galaýynyň (IV) ionyny tä metal görnüşine öwürýärler:



Emele gelen galaýynyň metaly goýy duz kislotasynnda eräp galaýynyň (II) ionyny emele getirýär:



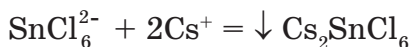
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: Duz kislota gursawynda galaýy (IV) ionynyň 2-3 damja erginine, bir damja goýy duz kislotasyny, demir gyryndysyny goşýarlar we düwmejikler emele gelyänçä gyzdyrýarlar. Soň ergini başga probirka guýýarlar we 2 damja simabyň (II) duzunyň erginini goşmaly, çöküdi emele gelyär. Diýmek, emele gelen galaýy (II) iony duz kislotasynyň gursawynda Hg (II) iony Hg (I) iona cenli gaýtarýar.

2. **Dimetilglioksim** galaýynyň (II) ýa-da galaýynyň (IV) ionlary, demriň (II) ionlarynyň gatnaşmagynda garysyk gyzyl reňkli kompleks birleşmeleri Sn (II)-Fe (II)-dime-

tilglioksimatyny emele getirýär. Emele gelen birleşmäni butanolyň kömegi bilen ekstragirlemek bolar. Galaýynyň açylmak derejesi -10 mkg. Bu täsirleşmäni köp mukdardaky aşgar-ýer metallarynyň we Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} ionlarynyň we 50 gezek köp bolan Hg(I,II) , Bi(III) , Sb(III,V) ionlarynyň diňe bar bolan ýagdaýynda açmak bolýar. Eger-de erginde has artykmaç mukdarda Fe^{3+} iony bar bolsa, onda ergini demriň garyndysy bilen birlikde erginiň reňki öçýänçä gaýnatmaly. Eger-de kobaltynyň goýulygy demriň (II) ionynyň goýulygyndan köp bolsa, onda ol galaýynyň açylmagyna päsgel berýär, sebäbi aşgar gursawda kobalt dimetilglioksim bilen birleşýär. Eger-de demriň (II) ionynyň goýulygy kobaltynyň ionynyň goýulygyndan köp bolsa, onda galaýy oňat açylýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 5-10 damja galaýynyň (IV) ionyny saklaýan duz kislotasynyň erginine, demriň gyryndysyny goşýarlar we probirkany tä wodorodyň düwmejikleri emele gelýänçä gyzdyrýarlar. Galaýy (IV) iony galaýy (II) ionyna öwürülýär we demir erginde demriň (II) iony görnüşine geçýär. Ergini demriň gyryndysyndan aýryp başga probirka guýýarlar we onuň üstüne 5-10 damja 2 M aşgar erginini, 10 damja n-butanol erginini guýýarlar. Probirkany dyky bilen baglaýarlar we çaýkaýarlar. Erginiň organiki gatlagy gyzyň reňke boýalýar.

3. Mikrokristalloskopik täsirleşme. Galaýynyň (IV) ionyny saklaýan erginiň üstüne gaty RbCl ýa-da CsCl goşýarlar, netijede ýalpyldowuk, dury oktaedrik sekilli Rb_2SnCl_6 ýa-da Sr_2SnCl_6 kristallary (11-nji surat) emele gelýär:



Galaýynyň açylyşynyň ýokary derejesi .. 0,1-0,2 mkg.



11-nji surat.
Oktaedrik şekilli Rb_2SnCl_6 kristallary.

Ammoniniň iony SnCl_6^{2-} iony bilen edil şunuň ýaly kristallary emele getirýär. Ýöne $(\text{NH}_4)_2[\text{SnCl}_6]$ kristallary $\text{Rb}_2[\text{SnCl}_6]$ kristallary bilen deňeşdirilende dogry formada bolup, möçberleri boýunça uludyr. Galaýynyň açylmagynyň ýokary derejesi – 2,5 mkg. Bu täsirleşme galaýyny açmak üçin saýlaýjy täsirleşmedir. Başga hemme ionlar täsirleşmäni geçirmäge päsgel bermeyärler. Şunuň ýaly-da titan, wanadiý, molibden we wolfram ionlary hem päsgel bermeyärler. Ýöne diňe hlorid iony bilen çökdüdi berýän kationlary çak bilen erginden aýyrmaly.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Aýna böleginiň üstüne galaýynyň (IV) ionynyň bir damja ergini ýerleşdirmeli, onuň üstüne hlorly seziniň ýa-da hlorlyrubidiniň kristalyny ýerleşdirmeli. Kristalyň töwereginde ak bulut ýaly çökdüdi emele gelýär. Emele gelen usak oktaedrik şekilli kristallara mikroskop astynda seretmeli. Ulurak kristallar, esasan hem çökdündiniň gýralarynda emele gelýär.

7.7 IV–V toparyň kationlarynyň garysygynyň analizi

IV-V toparyň ionlarynyň garysygynyň yzygiderli analizlemeginiň gidisiniň shemasy 9-njy tablisada görkezilen. Biziň bilşimiz ýaly V toparyň ionlarynyň yzygiderli analiz geçirilende olaryň okislenme derejesi üýtgeýär. Şu tablisada açylýan ionlaryň okislenme derejesi görkezilmän berilýär.

IV toparyň kümüş toparçasynyň garysygynyň analizi- ni geçirmekligiň cyzgysy birnäçe kitaplarda bu toparçany aýratyn V topar diýip hem düşündirýärler (4-nji tablisa serediň). V topary IV toparyň bir toparçasý, ýagny mysýak toparçasý diýip aýdylýar. Olaryň sulfidleri Na_2S -de eräp tioduzlary emele getirýärler. Şeýle iki hilli bölmeklikde hem analiz geçirilende hiç hili kyncylyk emele gelmän, analiziň geçiriliş usuly birmeňzeşdir.

9-njy tablisa

**IV-V toparyň birnäçe ionlarynyň garysygynyň
analiziniň gidisiniň cyzgysy**

IV toparyň birinji toparçasynyň (kümüşün toparçasý) ka- tionlaryny öňünden barlamak üçin erginden alyp, üstüne duz kislotasyny guýýarlar. Kümüşün toparçasyny misiň toparçasýndan we V toparyň ionlaryndan duz kislotasyny goşmak bilen bölüp aýyrmak.		
Çökündi: AgCl, Hg_2Cl_2 we PbCl_2	Sentrifugat (ergin): misiň toparçasý we V toparynyň ionlary. Misiň toparçasýnyň we V toparynyň ionlaryny sulfidler görnüşinde kükürtwodorod bilen kislota gursawynda gyzdyryp çökdürmek.	
Analiz tablisanyň yzynda berlen shema boýunça geçirilýär.	Çökündi: mis toparçasýnyň kationlarynyň we V toparyň ionlarynyň sulfidleri, IV topa- ryň mis toparçasýnyň kation- laryny V toparyň ionlaryndan Na_2S-iň kömegi bilen bölüp aýyrmak.	Sentrifugat analiz edilme- ýär.
Çökündi: CuS KNO_3 Artykmaç NH_4OH	Sentrifugat: tioduzlar ýa-da sulfoduzlar we başgalar. Konsentirlenen uksus kislotasy bilen gyz- dyryp tioduzlary dargatmak.	

Täsir etmek bilen Cu^{2+} ionyny açmak	Cökündi: As_2S_3 , cökündini goýy HNO_3 -de eretmek. Molibden suwuklygyny täsir etmek bilen mysýagy açmak.	Sentrifugat bilen analiz geçirilmeýär
---	---	---------------------------------------

Kümüş toparynyň ionlaryny barlamak

Erginden aýratyn az mukdarda alyp, kümüş toparçasynyň ýa-da V toparyň bardygyny kesgitlemek.		
Kümüş toparçasynyň kationlaryny 6N HCl täsir etmek bilen mis toparçasyndan bölüp aýyrmak.		
Cökündini azajyk duz kislotasy goşulan suw bilen ýuwmak		
Sentrifugat: analiz geçirilmeýär	Cökündi: AgCl , Hg_2Cl_2 we PbCl_2 cökündini distillirlenen suw bilen gyzdymak. Erginden biraz alyp KJ ýa-da K_2CrO_4 reaktiwleriniň kömegi bilen Pb^{2+} ionyň bardygyny kesgitlemek. Pb^{2+} ionyny erginden bölüp aýyrmak (eger-de erginde bar bolsa). Pb^{2+} ionynyň erginden doly aýrylandygyna degişli täsirleşmäniň üsti bilen göz ýetirmeli.	
Sentrifugat: ionyň analiz geçirilmeýär.	Cökündi: AgCl we Hg_2Cl_2 Hg_2^{2+} ionyny açmak üçin ergine 3N NH_4OH täsir etmeli, (simabyň bölünip çykmagyna görä cökündä garalýar). Cökündini erginden bölüp aýyrmak.	
	Cökündi: $[\text{HgNH}_2]\text{Cl} + \text{Hg}$ analiz edilmeýär	Sentrifugat: (ergin): $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ we artykmaç NH_4OH Ag^+ ionyny açmak üçin HCl-y Ag^+ ionyna täsir etmeli (ak AgCl cökýär).

8. IONLARY KESGITLEMEGIŇ USULLARY

8.1 Tejribäniň netijesini hasaplamak

Analitiki köpeldijiniň bahalaryny himiki maglumatlar kitapçasyndan (ýa-da hasaplama ýoly bilen) tapmak bolar.

Barlaýan maddamyzyň mukdaryny (x) tapmak üçin çekim (a) massasyny we degişli analitiki köpeldijini (F) bilmek gerekdir.

Eger analiz aýratyn çekim usuly bilen geçirilen bolsa, onda barlanylýan maddanyň, ionyň ýa-da elementiň mukdaryny şu formula boýunça kesgitlemek bolar:

$$X = a \cdot F$$

Eger-de analiz pipetkalamak usuly boýunça geçirilen bolsa, ýagny kolbanyň göwrümi (V_k) pipetkanyň göwrümi (V_p) göz önünde tutulan bolsa, onda maddanyň mukdaryny şu formula boýunça kesgitlemek bolar:

$$X = a \cdot F \cdot V_k / V_p$$

Barlaýan maddamyzyň mukdaryny amaly hasaby bilen kesgitlejek bolsak we barlamak üçin alnan komponentiň düzüm böleginiň – ionlaryň massasyny « m » bilen belesek, hasaplamaklygy şu formula boýunça geçirmek bolar. Aýratyn çekim usuly üçin:

$$\% = a \cdot F \cdot 100 / m$$

ýa-da

$$\% = a \cdot F / m \cdot 100$$

Pipetkalamak usuly üçin:

$$\% = a \cdot F \cdot V_k / V_p \cdot 100 / m$$

Tehnikanyň, oba hojalygynyň we senagatyň amalyýetinde analiziň netijesini aşakdaky formula boýunça kesgitleýärler:

$$\% = a \cdot Ar \cdot 100 / m \cdot Mr$$

Bu ýerde a-nusgadan alnan çekim massa, m-geçirilen işiň netijesinde alnan çekim mukdar, Ar-kesgitlenýän elementiň atom massasy, Mr-çökündiniň molekulýar massasy.

Ýokarky hasaplamlar has düşnükli bolar ýaly bir mesele seredip geçeliň.

Himiki taýdan arassa bolan düzüminde iki molekula suw saklaýan bariý hloridiniň $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ düzümindäki barini kesgitlemeli.

Arassa $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ nusgasynyň agramy 0,4872 g. Alnan bariý sulfatynyň BaSO_4 çökündisiniň massasy bolsa 0,4644 g. deňdir.

Şu meseläni iki usul bilen çözmek bolar:

1-nji usul: 1. Alnan BaSO_4 çökündisiniň ($Mr_{(\text{BaSO}_4)} = 233,40$) düzüminde näçe g bariniň ($Ar_{\text{Ba}} = 137,40$) bardygyny kesgitlenilýär.

Amalyýetden belli bolsy ýaly, erginde çökdürilýän ionlaryň konsentrasiýasy 10-6 g-ion/dm³-dan köp bolmasa çökündi doly çöken hasap edilýär.

Suwda absolýut eremeýän madda duş gelinmeýär. EKH (eremekligiň köpeltmek hasyly) hiç haçan nola deň bolmaýar. Şoňa görä-de, nazaryýet (teoriýa) taýdan her bir emele gelýän çökündi hakyky doly çökýän däldir. Çökündini doly çökdürmek üçin, çökdürijiniň mukdaryny täsirleşmäniň deňlemesi esasynda hasaplanandan 1,5 esse (gezek) köp almaly. Egerde, çökdürijiniň mukdary esseden köp alynmasa, onda duz effektiniň täsirinden çökündiniň eremekligi köpeliýär ýa-da ereýjiniň kompleks duzlary, tursy duzlary emele gelýär ýa-da çökdürilýän maddanyň amfoter häsiýeti (gidroksidlerde) ýüze çykýar we ş.m.

Çökündiniň doly çökmekligine temperatura hem täsir edýär. Belli bolsy ýaly, temperaturanyň artmagy bilen ereýjiligiň köpeltmek hasyly (EKH) köpeliýär. Şoňa görä-de, çökündiniň doly çökmekligi pes temperaturalarda gazanylyýar. Çökündiniň doly çökmekligine pH hem täsir edýär.

8.2 Çökündiniň emele gelmeginde goşmaça täsirleşmeler

Çökünci çökdürilende ergini gerekli ýagdaýa çenli gowsatmasaň – ýuwanlaşdyrmasaň erginde doly däl dissosiasiýa esasynda başga ionlaryň emele gelmegi sebäpli goşmaça täsirleşmäniň geçmegi mümkin. Meselem, BaSO_4 çökündisi çökdürilende ergini gerekli ýagdaýa çenli owsatmasaň (ýuwanlaşdyrmasaň) doly däl dissosiasiýanyň netijesinde BaCl^+ iony emele gelýär. BaCl^+ iony sulfat iony bilen birleşip çökündide $(\text{BaCl})_2\text{SO}_4$ birleşmesini bermegi mümkin. Bu emele gelen duzuň molekulýar massasynyň agramy BaSO_4 -üň molekulýar massasyndan üýtgeşikdir. Şoňa görä-de, bu duzuň emele gelmegi hasaplama ýalňyslyk girizýär.

Nusgada saklanýan magniniň mukdaryny kesgitlemek.



$\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – magniý pirofosfatynyň çekim formasydyr.



$\text{Mg}(\text{OH})_2$ -niň emele gelmeginiň we MgNH_4PO_4 birleşmäniň çökmeginiň önüni almak üçin ammoniý duzlaryny girizýärler. Ýöne olaryň köp mukdarynyň düşmezligine gözegçilik etmelidir, sebäbi ol $\text{Mg}(\text{NH}_4)_4(\text{PO}_4)_2$ düzümlü çökündiniň çökmekligine eltýär. Çökünci bolsa köýdürilenden soň $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ birleşmeden başga-da P_2O_{5-i} emele gelýär.



MgNH_4PO_4 çökündisi suw bilen ýuwulanda az mukdar-da gidrolize sezewar bolýar:



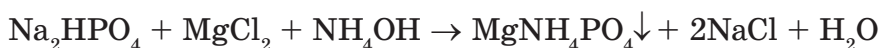
Gidrolizi ýatyrmak üçin çökündi ammiagyň gowşadylan ergini bilen ýuwulýar.

Kesgitlemek usuly: magniý duzundan hasaplanan mukdarda çekilip alynýar we suwuň 100 millilitrinde eredilýär. Oňa duz kislotasynyň 6n ergininden 5 ml, metil gyzyň indikatore 2 damja, ammoniý gidrofosfatynyň 10% -li ergininden 50 ml goşulýar. Soňra indikatoryň reňki sary reňke geçýänçä haýallyk bilen konsentirlenen ammiak ergininden 1 damjadan 5 ml goşulýar we indiki sapaga çenli iş stolunyň üstünde goýulýar.

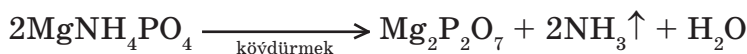
Süzmezden öň çökündiniň doly çökenligi barlanylýar. Çökündi gök lentaly süzgüç kagyzynda süzülýär we ammiagyň 2,5% -li ergini bilen ýuwulýar. Magniýammoniý-fosfatynyň gaty takyk netijesini almaly bolanda çökündi gaýtalap ikinji gezek çökdürilýär. Çökündiniň 2 gezek gaýtalap çökdürilmeginiň sebäbi, analiz edilýän erginiň köp mukdarda ammoniý duzlaryny saklaýanlygyndadyr. Sebäbi birinji gezek çökündi çökdürilende MgNH_4PO_4 formula doly dogry gelýän çökündi alynmaýar. Gaýtalanyp ikinji gezek çökdürilende ammoniý gidrofosfatyny gaty az mukdarda diňe eremekligi azaltmak üçin gerek bolan mukdarda goşulýar. Bu ýagdaýda bilelikde çökmeklik hem azalýar. Çökündini ýuwmak hlor ionynyň ýoklugyna doly göz ýetirilenden soň (nusga + AgNO_3 + HNO_3) geçirilýär. Guradylan we agramy alnan çökündini boş tigele salynýar.

Soňra seresaplylyk bilen 1000-1100 0C-da hemişelik agrama çenli mufel peçde köýdürilýär. Çökündini köýdürmeklik we çekmeklik tä onuň hemişelik agramy alynýança gaýtalanýar.

Haçanda nusganyň düzüminde PO_4^{3-} iony bilen suwda eremeýän birleşmeleri, çökündileri emele getirýän kationlar bar bolan ýagdaýynda; bu usul boýunça dürli obýektdäki fosfat PO_4^{3-} - anionyny kesgitlemek bolýar. Ýöne bu ýokarky analiziniň geçirilmegine päsgel berýär. Usulyň manysy PO_4^{3-} ionyny saklaýan erginlerde aşgar metallarynyň ionlary we ammoniden başga keseki kationlar bolmaýar. Ammoniy hloridiniň we ammoniy gidroksidiniň gatnaşmagynda magniý hloridi täsir etdirilýär:



Magniý gidroksidiniň çökündisiniň çökmeginiň önüni almak üçin ammoniy hloridi goşulýar. Magniý ammoniy fosfatynyň çökündisi (çökdürilýän forma) süzülýär, ýuwulýar, guradylýar we köýdürilýär. Netijede, magniý ammoniy fosfaty magniý pirofosfatyny emele getirmek bilen dargaýar (çekim forma):



Magnezial garysygyny PO_4^{3-} anionyny çökdürmek üçin ulanylýar. Ol taýýarlanylýan düzüminde 6 molekula suw saklaýan magniý hloridinden – $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 50 gr we ammoniy hloridinden 100 gr 1 litrlik göwrümi belli kolba salynýar, distilirlenen suwda eredilýär we duz kislotasy arkaly tursadylan suw bilen erginiň göwrümini kolbanyň belligine çenli ýetirmeli.

Kesgitlenilişi: göwrümi 250 ml bolan himiki stakana natriýgidrofosfatynyň ergininden 50 ml töweregi alynýar. Soňra oňa ammoniy hloridiniň 2n ergininden 5 ml we magnezial garysygynyň ergininden 15 ml goşulýar. Bulgur içine guýulan garyndylar bilen asbest torunyň üstünde 40-45°C-ä çenli gyzdyrylýar. Soňra býuretkadan damjallap, zygider bulap ammoniy gidroksidiniň 2,5%-li ergininden goşulýar. Ammoniy gidroksidiniň goşulmak tizli-

gini çökdürilmeginiň soňunda ýokarlandyrmak bolar. Şonda emele gelýän ak çökündi magniý-ammoniý fosfaty kristal gurluşlydyr. Erginden ammiagyň ysynyň gelýänligi aýdyň duýulanda ammoniý gidroksidini goşmak bes edilýär. Ergin sowandan soň oňa 25% -li ammoniý gidroksidiniň ergininden az-azdan (ýagny fosfat ionyny doly çökdürmek üçin gerek bolan erginiň hemme göwrüminiň 1/5 bölegine ýakyn göwrümde) gosulýar. Şondan soň içi çökündili stakany kristallaryň doly ösüp ýetişmegi – ulalmagy üçin azyndan 6 sagat rahatlykda goýulýar. Şondan soň çökündini süzmäge başlanýar, külsüz ak lentaly süzgüç kagyzy ulanylýar. Çökündini ammoniý gidroksidiniň 2,5% -li ergini bilen 3 gezek bölekleyin (dekantasiýa) usulynda ýuwulýar. Ýuwmaklyk hlor Cl-ionyndan doly arassalanýança dowam edilýär. Ol kümüş nıtratynyň ýuwundy erginine täsiri netijesinde kesgıtlenilýär. Içi çökündili süzgüç kagyzy guýgujy (woronkany) guradyjy peçde çalygýança guradylýar. Soňra süzgüç kagyzyň kömürledilýär we peçde çökündi çökdürilýär.

Magniý ýa-da fosfat iony $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ görnüşinde çökdürilýär. $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ýakylanda mukdar tarypyndan pirofosfata öwrülýär:



Çökündini sorulan (adsorbirlenen) Cl^- ionyndan halas etmek üçin ýuwujy suwlar bilen ýuwýarlar. Eger-de, erginde Cl^- iony bolman NO_3^- -iony bar bolsa, onda diffuziýa gatlagda Cl^- ionlary sorulman NO_3^- -ionlary sorulardylar, sebäbi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ duzunyň BaCl_2 duzuna garanynda ereýjiligi azdyr.

Meselem, eger-de Al^{3+} ionyny Co^{2+} ionynyň barlygynda NH_4OH ergini bilen çökdürsek, onda Al^{3+} iony $\text{Al}(\text{OH})_3$ çökündisi görnüşinde çöker, emma Co^{2+} iony bolsa oňat ereýän kompleks birleşmäni $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6](\text{OH})_2$ emele getirip erginde galýar. $\text{Al}(\text{OH})_3$ çökündiniň oňat adsorbir-

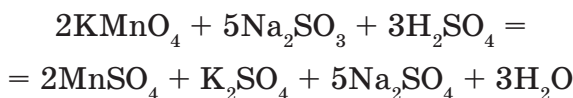
lemek (sorujylyk) häsiýeti bardyr. Şonuň üçin ol ergindäki Co^{2+} ionlarynyň birnäçesini özüne birleşdirýär. Onuň şeýledigini $\text{Al}(\text{OH})_3$ çökündisiniň gyzyň gül renke öwrülme-gi şaýatlyk edýär. Çökündini ýuwmak bilen Co^{2+} ionyndan arassalap bolmaýar. Çökündi ýuwlup ýakylandan soň gök reňkli, düzümi $x\text{CoO} \cdot y\text{Al}_2\text{O}_3$ düzümi bolan çökündi berýär. Biziň bilşimiz ýaly, CoO ýaşyl reňkli, Al_2O_3 bolsa reňksiz diýen ýalydyr.

Şu mysalda $\text{Al}(\text{OH})_3$ çökündisini arassa almak üçin iki gezek çökdürmek ýa-da täzeden çökdürmek usullaryny ulanýarlar.

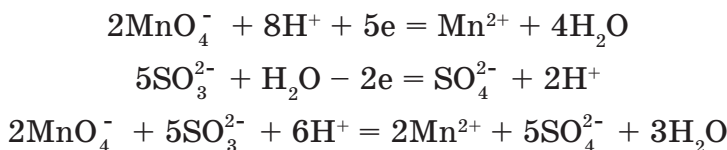
Al^{3+} kesgitlenende şunuň ýaly ýagdaý, ýagny NH_4OH ergininden artykmaç goşulanda onuň artykmaç göwrümi Ni^{2+} iony bilen hem birleşýär. Erginde $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ kompleks iony galýar.

Erginde Al^{3+} kesgitlenende Co^{2+} we Ni^{2+} ionlary bilelikde bolsalar, onda artykmaç NH_4OH guýlanda, olar $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ kompleks ionlary görnüşinde erginde galýarlar.

BaCl_2 we KMnO_4 erginleriniň garysygynyň üstüne azazdan köp mukdar H_2SO_4 (tä güýçli kislota gursawyna çenli) guýulýar. Şundan soň erginde galan KMnO_4 -i, Na_2SO_3 erginini guýmak bilen gaýtarylýar. Gaýtarylma täsirleşmesini şeýle deňleme bilen ýazmak bolar:



ion görnüşinde



Täsirleşmäniň netijesinde ergin reňksizlenýär, emma çökündi melewşe (syýa) reňkde bolýar. Bu bolsa reňksiz BaSO_4 çökündi bilen birlikde KMnO_4 -üň bir näçe mukdarynyň bilelikde çökendigini, ýagny çökündiniň içindedigini görkezýär.

Inklýuziýa. (izomorfizm – izo diýmek bir meňzeş, bir tüýsli ýa-da bir hili diýmekdir).

Izomorfizm – molekulýar gurluşlary birmeňzeş şekilli kristal formada bolmaklarydyr.

Garyşyk kristallaryň emele gelmeginiň bu görnüşinde garyşyk kristallardan emele gelýän çökündi çökýär. Muňa mysal edip, dürli zäkleri almak bolar. Eger suwda reňksiz alýumo – kaliý zägi $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ bilen degişli syýa reňkli hrom – kaliý zäginini $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ eretsek we olary kristallaşmaga goýsak, alýuminiý-kaliý we hrom-kaliý kristallarynyň garysygy emele gelýär. Erginde $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ -niň konsentrastýasy köpeldilse onuň reňki şonça goýulaşýar. Şonuň ýaly-da $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ -niň goýulygyny köpeltmek bilen ergini reňksizlendirmek bolýar. Şeýlelik-de bularyň goýulyklaryny durnuksyz üýtgetmek bilen aýry-aýrylykda $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ we $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ kristallaryny almak bolýar. Diýmek, bularyň bir görnüşde gurulan formalary bardyr. Şoňa görä-de, bu görnüşdäki maddalaryň kristallarynyň formasy hem birmeňzeş bolýar. Şu ýerden hem «izomorf» ady, ýagny birmeňzeş formalý diýmeklikat gelip çykýar.

Izomorfizmiň manysy çökdürilýän ionlar we garyşyk ionlary birmeňzeş koordinasion sanly (k.s.) we ýakyn radiusly (r) bolsalar, olar emele gelýän kristal gözeneginde, onuň durnuklylygyny bozman biri-birleri bilen çalsyp bilýärler. Meselem, Ra^{2+} ionyň radiýusy (1,52 Å) (1 angstrom 10^{-8} sm-e deňdir) Ba^{2+} ionyň radiusyna (1,43 Å) ýakyndyr. RaSO_4 we BaSO_4 bir meňzeşdirler. Şoňa görä-de, BaSO_4 bilen birlikde RaSO_4 garyndy görnüşinde çökýär.

Inklýuziýa mysal edip, AgBr çökündisinde Br^- ionynyň Cl^- ionyna, BaSO_4 çökündisinde Ba^{2+} ionynyň Pb^{2+} ionyna ýada SO_4^{2-} ionynyň CrO_4^{2-} anionyna, MgNH_4PO_4 çökündisinde NH_4^+ ionynyň K^+ ionyna doly bolmasa-da çalyşmaklaryny görkezmek bolar.

8.3 Garysyk kristallaryň emele gelmegi bilen bagly bolan ýalňyslyklary ýok etmegiň ýollary

Garysyk kristallaryň emele gelmegi grawimetrik çeküw usulda esasy ýalňyslyklaryň bir çeşmesidir. Sonuň üçin analitik hünärmen analiziň netijesinde garysyk kristallarynyň emele gelmeginiň täsirini azaldar ýaly ýollary tapmalydyr we ulanmalydyr. Çökündiniň emele gelmegi soosaždeniýa hadysasy bilen baglanysykly bolup geçýär. Erginden esasy çökündi bilen birlikde erginde erän garyndylaryň bilelikde çökmegine soosaždeniýe diýilýär.

Soosaždeniýäniň adsorbsiýa görnüsiniň netijesinde emele gelen garyndyny çökündiniň üstünden aýyrmak üçin analiziň degişli usulyny saýlap alýarlar we çökündini ýuwmak usuly bilen arassalaýarlar.

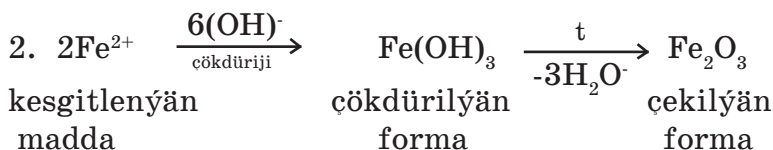
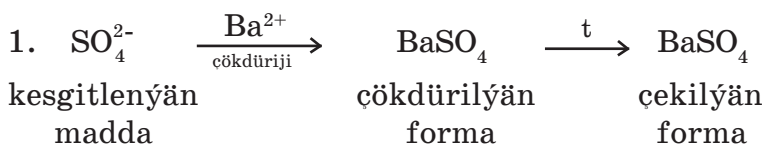
Käwagtlarda bir iony başga ion bilen çalsyryp çöküşmeleri azaltmak bolýar. Meselem, eger-de Ba^{2+} ionyny Fe^{3+} ionynyň bar bolan ýagdaýynda çökdürmeli bolsa, onda Fe^{3+} ionyny Fe^{2+} ionyna gaýtarmaklyk amatlydyr, sebäbi Fe^{2+} iony BaSO_4 bilen örän gowsak adsorbirlenýär. Sonuň ýaly çöküşmeleri birnäçe adsorbsiýalaşan ionlary berk kompleks birleşmelere öwürmek bilen hem azaldýarlar.

Bulardan başga-da çöküşmeleri degişli reaktiwleri biri-biriniň üstüne guýmak düzgünlerini, olaryň konsentrasıyasyny, temperaturasyny we çökdürijini erginiň üstüne guýmak çaltlygyny üýtgetmek bilen azaltmak bolýandyr.

Okklýuziýa arkaly hapalanan çökündileriň hapalaryny

azaltmak üçin erginleri guýmaklygyny düzgünine we çökdürijini guýmaklygynyň caltlygyna üns bermelidir. Meselem, BaSO_4 çökdürilende BaCl_2 -niň üstüne H_2SO_4 guýlanda diffuziýa gatlakdan Cl^- ionyny SO_4^{2-} iony doly gysyp çykaryp bilmeýär. Şoňa görä-de Cl^- ionynyň birnäçe mukdary çökündiniň içinde galyp, BaSO_4 çökündi, BaCl_2 bilen hapalanýar. Eger tersine bolan düzgünde, ýagny H_2SO_4 -iň üstüne BaCl_2 erginini guýsak, okklýuziýanyň netijesinde, H_2SO_4 garyndysyny saklaýan BaSO_4 çökündisini alýarys. Haçanda çökündi gyzdyrylanda H_2SO_4 uçup gidýär. Ýokarda aýdylanlaryň hemmesine aşakdaky shemalar boýunça göz ýetirmek bolar:

Ionlaryň mukdary grawimetrik çeküw usuly boýunça kesgitlenende olaryň çökdürilýän we çekilýän formalary birmeňzeşdir. Meselem:



Çökdüriji ýuwaş-ýuwaşdan haýallyk bilen guýulsa, çökündi hem haýal emele gelýär. Kristallaryň haýal ösmekleri okklýuziýany azaldýar we arassa uly kristallaryň emele gelmegine ýardam edýär. Çökündiniň üsti näçe az bolsa sonça-da adsorbsiýa hadysasy azalýar. Hapa çökündileri okklýuziýadan arassalamak üçin täzedan ikinji gezek çökdürmek usulyny ulanýarlar, ýagny çökündini süzgüç kagyzyndan süzýärler, ýuwyarlar, eredýärler we täzedan çökdürýärler. Şeýle edilende hapa garysýklaryň konsentrasýalary azalýar we emele gelen çökündi ýeterlik çekim ýagdaýda arassa halyna bolýar. Grawimetrik analizinde inklýuziýa (izomorfizm) esasynda emele gelýän ýalňyslyklar

10-njy tablisanyň dowamy

şeýle uly däldir. Bu ýagdaýda ilki päsgel berýän ionlary haýsy hem bolsa bir ýol bilen erginiň düzüminden aýyrýarlar we soň çökdürmekligi amala aşyrylýarlar.

Süzmek

Çökündini ýuwmak we süzmek iň esasy we jogapkärli işleriň biridir. Analiziň anyklygy şol işleriň dogry geçirilmegi bilen hem baglanyşyklydyr. Grawimetrik analizde çökündini süzmek üçin taýýar külsüz süzgüç kagyzlaryny ulanýarlar. Külsüz süzgüç kagyzlary kagyzyň düzümindäki köp mineral maddalary aýyrmak üçin duz we ftorwodorod kislotalary bilen işlenendir. Şunuň ýaly süzgüçler özlerriniň düzüminde az küli saklaýarlar. Olaryň agramy süzgüç kagyzyň toplumynyň daşyna oralan lentada görkezilendir. Olar ýananda az kül galdyryýarlar. Eger süzgüç kagyzynda görkezilen küliň agramy 0,0002 gramdan köp bolsa, onda onuň agramyny çökündiniň agramyndan aýyrmalydyr. Külsüz süzgüç kagyzlarynyň dykzlygy dürli dürülüdür. Külsüz süzgüç kagyzlaryny göýberilýän nusgalary boýunça şeýle häsiýetlendirmek bolar (10-njy tablisa).

10-njy tablisa

Külsüz süzgüç kagyzlary

Nusgasy (lentasynyň reňki)	Jübüt ölçegiň dar deşikleri (mkm)	Ülanylýan ýagdaýlary
Gyzyl	10	Tiz süzýär. Amorfn çökündileri [meselem, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$] we metallaryň sulfidlerini süzmek üçin ulanylýar.

Ak	3,5	Haýal süzýär. Uly kristally çökündileri [meselem, $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$] we kremniý kislotasyny H_2SiO_3 süzmekde ulanylýar.
Gök	1 – 2,5	Haýal süzýär. Kiçi kristally şekilli çökündileri [meselem, BaSO_4 , $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] süzmek üçin ulanylýar.
Sary		Ýagsyzlandyrylan süzgüçler. Tiz süzýän süzgüçler bolup, olar amorf çökündileri we ýarym oksidleri süzmek üçin ulanylyp bilner.

Süzgüç kagyzynyň ölçegi çökündiniň göwrümüne görä saýlanyp alynýar. Erginiň göwrümi bu ýerde rol oýnamaýar. 0,5 gr massaly çökündi üçin diametri 7-9 sm bolan süzgüç kagyzyny we diametri 6 sm bolan guýgujy alýarlar. Süzgüç kagzy taýýarlanyp guýguçda oturdylanda, süzgüç kagyzynyň ýokarky gyrasy guýgujyň gyrasyndan 0,5 – 1,0 sm-e çenli aşakda bolmalydyr. Tejribe amalyýetinde soňky wagtlarda adatdaky külsüz süzgüç kagyzlaryndan başga-da çüýseden ýasalan süzgüç tigeller ýa-da guýguçlar ulanylýar. Bu çüýşe göweçleriň (tigelleriň) aşagyna kagyz süzgüçleriniň ýerine dürli deşikli (porly) aýna plastinkasy berkidilen. Olaryň gecirijiligi dürli bolandan soň satuwda olaryň dört görnüşi (№1-den №4-e çenli) hödürlenýär. Sanawbelgisiniň köpelmegine görä olaryň deşikleriniň ölçegi kiçelýär. Analiz işleri üçin kiçi deşikli (№3 we №4) göweçler ulanylýar.

Süzme üçin çüýşe süzgüçlerinden başga-da düýbi deşikli farfor göweçler hem ulanylýar. Farfor tigelleriniň aýna tigellerinden tapawudy ol ýokary temperatura cydamlydyr, ýöne olaryň cyg çekijilik häsiýetleri bardyr.

8.4 Çökündini ýuwmak

Çökündini ýuwmaklygyň maksady çökündiniň üstüne sorulan hapa garysyklardan we çökündä siňen erginlerden arassalamakdyr. Adsorbirlenen garysyklar ergindäki ionlar bilen deňagramlylykda bolýarlar. Şoňa görä-de ýuwlanda bu ergin arassa suw bilen ýa-da haýsy hem bolsa bir ýuwujy ergin bilen çalsylýar. Şeýlelikde desorbsiýa hadysasy adsorbsiýa hadysasyndan artykmaç bolmalydyr. Netijede çökündi ýuwulanda ýuwas-ýuwasdan adsorbirlenen hapalardan arassalanýar we ahyrynda ýeterlikli arassa çökündi alynýar.

Çökündini ýuwmaklykda iň esasy meseleleriň biri hem çökündini haýsy ýuwujy ergin bilen ýuwmalydygyny saýlap almakdyr. Çökündileri ýuwar ýaly ýuwujy erginleri saýlap almak üçin, esasan, dört ýagdaýy göz önünde tutmalydyr.

1. Çökündini çökdürijiniň ergini bilen ýuwmak

Bu ýagdaýda çökündini çökdürijiniň gowsak ergini bilen ýuwarlar. Ýuwyň çökdürijiniň ergini ýa-da çökdürijiniň ionyny saklaýan haýsy hem bolsa bir elektrolit hökman uçujy madda bolmalydyr. Sebäbi onuň galyndysy çökündi ýakylanda doly uçup gitmelidir, ýagny çökündiniň düzüminden aýrylmalydyr. Meselem CaC_2O_4 çökündi 45% -li $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ bilen çökdürilýär we 0,1% -li $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ bilen bolsa ýuwulýar.

2. Elektrolitleriň ergini bilen ýuwmak

Köp çökündiler arassa suw bilen ýuwulanda, çökündide peptizasiýa diýip atlandyrylýan ýagdaý ýüze çykýar, ýagny

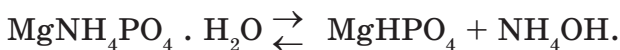
çökündi kolloid erginine geçýär. Şeýlelikde, çökündiniň birnäçe bölegi süzgüç kagyzyndan geçip ýitýär. Şu zyýanly hadysanyň önüni almak üçin çökündi arassa suw bilen ýuwulman, haýsy hem bolsa bir elektrolitiň gowsak ergini bilen ýuwulýar. Şu ýagdaýda çalyşma adsorbsiýasy bolup geçýär. Şeýlelikde, çökündiniň peptizasiýa hadysasynyň öňi alynýar. Bu ýagdaýda hem ýuwmak üçin ulanylýan elektrolit uçujy bolmalydyr we çökündi ýakylanda onuň düzüminden doly aýrylmalydyr.

Amalyýetde bu ýagdaý üçin uçujy kislotalar, eger çökündi kislotada ereýän bolsa, onda ammoniý duzlary ulanylýar. Meselem, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$ çökündilerini çökdürmek üçin 10% -li NH_4OH , çökündileri ýuwmak üçin bolsa 2% -li NH_4NO_3 ulanylýar.

3. Çökündiniň gidrolizini togtadýan maddalar bilen ýuwmak

Käwagtlar çökündi arassa suw bilen ýuwulanda gidrolizleşýärler. Şoňa görä-de çökündileriň ereýjiligi artýar ýa-da çökündiniň grawimetrik görnüşi onuň belli himiki görnüşine dogry gelmeýär. Sonuň üçin şunuň ýaly gidrolizleşýän çökündiler gidroliz hadysasyny togtadyp bilýän erginler bilen ýuwulýar. Meselem, $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ duzuny üstüne 10% -li MgHPO_4 duzunyň üstüne + NH_4OH ergini goşulyp alynýar.

Alnan $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ çökündisi suw bilen ýuwulanda gidroliz hadysasy şeýle geçýär:



Gidroliz hadysasyny togtatmak-ýatyrmak üçin haýsy hem bolsa bir gidroliz hadysasynda emele gelen önümi çökündä guýmalydyr. Biziň şu mysalymyzda çökündi 2,5% -li NH_4OH ergini bilen ýuwulýar. Şunlukda, gidroliziň

deňagramlylygy çepes tarap, ýagny gidroliziň derejesiniň azalýan tarapyna süýşýär we gidroliz hadysasy togtaýar .

4. Çökündini suw bilen ýuwmak

Çökündini suw bilen ýuwmaklyk çökündi suw bilen ýuwulanda eräp ýitgi bolmaz, kolloid ergin emele gelmez we gidroliz hadysasy geçmez diýip hasaplananda maslahat berilýär.

Çökündini ýuwmak üçin suw gyzgyn halyna garanyňda mylaýym halynda(40 – 50°C) ulanylsa amatly bolýar, sebäbi temperaturanyň ýokarlanmagy bilen adsorbsiýa we süýgeşiklik koeffisiýenti azalýar we süzmeklik çaltlanýar. Emma birnäçe çökündileriň temperaturanyň ýokarlanmagy bilen ereýjiligi köpelip, ýitgä sezewar bolýarlar. Şonuň üçin hem haýsy çökündileriň temperatura ýokarlananda ereýjilikleri köpelyän bolsa, onda olary ýuwujy suwy gyzdyrman ýuwmaly. Meselem, BaSO_4 çökündisi 5% -li BaCl_2 ergini bilen çökdürilip alynýar. Çökündini duz kislotasy goşulan suw bilen ýuwyýarlar.

Çökündini ýuwmaklyk ilki dekantasiýa usuly bilen geçirilýär, soň süzgüç kagyzynda ýüwulýär. Çökündini ýuwmaklyk ýuwyýan ionymyz tä çökündiniň düzüminden aýrylýança, ýagny ýuwyýan ionymyz otrisatel täsirleşme berýänçä dowam etmeli. Meselem, BaSO_4 çökündisiniň üstüne adsorbirlenen Cl^- ionyndan ýuwulanda ýuwujy erginiň birnäçe damjasyna Ag^+ ionynyň ergininden 1 damja goşulanda ak çökündi ýa-da bulanyk emele getirmeýänçä ýuwlýar.

Çökündini dekantasiýa usuly bilen ýuwmaklyk seýle geçirilýär. Içinde çökündi bolan stakanyň üstüne birnäçe mukdarda ýuwujy ergini guýýarlar, oňat garysdyrylýar we birnäçe wagt, ýagny çökündi oňat çökýänçä garasýarlar. Soň çökündiniň üstündäki suwuklygy aýna taýajygynyň üsti bilen süzgüç kagyzyňa guýýarlar. Soňra bukgura ýene-de täze ýuwujy suwuklygy guýýarlar we garysdyrylýar. Çökündi çökenden soň suwuklygy aýna taýajygy üsti bilen ýene süzgüç kagyzyňa guýýarlar. Şu usul bilen çökündi

ýuwulanda, çökündiniň, her bir bölejigi oňat arassalanýar we ýuwmaklyk tizleşýär.

Şeýlelikde, dekontasiýany bir näçe gezek gaýtalamaly we soňundan hemme çökündini suwuklyk bilen birlikde süzgüç kagyzyna ýitgisiz geçirmeli. Stakanyň gýralarynda we çüýşe taýajygynyň üstünde çökündi galmaly däl. Olary ýuwuýy suwuklyklaryň ýa-da süzgüç kagyzynyň kömegi bilen süzgüç kagyzda doly geçirmelidir. Şundan soň çökündini ýuwmagy süzgüç kagyzda ýuwyýan ionymyzyň otrisatel reaksiýasyna çenli dowam etmelidir.

Çökündini süzmekligi we ýuwmaklygy bir sapakda geçip gutarmalydyr. Şeýle edilmese çökündi guraýar, ýarylýar we soň ony ýuwmak mümkinçiligi bolmaýar.

8.5 Çökündini guratmak we ýakmak

Çökündini guratmak, guradyjy şkafta 250°C-dan ýokary bolmadyk temperaturada geçirilýär. Çökündini ýakmaklyk bolsa mufel peçlerinde ýa-da gaz gorelkasynyň ýalnynda 500-1200°C gyzgynlykda geçirilýär. Ýakmaklyk, esasan hem beýik we pes farfor tigellerinde geçirilýär. Ýakmaklyk çökündilere howanyň barmagyny oňat üpjün edýär.

Pes tigelleriň 6 görnüşi bardyr. Olar özleriniň ölçegleri we göwrümleri bilen tapawutlanýarlar. Köplenc, BaSO_4 , $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ýaly çökündileri ýakmak üçin 2 we 3 sbelgili tigel ulanylýar. Göwrümi uly bolan çökündileri $\text{SiO}_2 * \text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$ ýakmak üçin 4 göweji ulanýarlar.

Farfor göweçleri mufel pejinde 600-1200°C temperaturada 30 – 40 min dowamynda ýakmak bolar. Göweji ýanmadyk çökündili süzgüç kagzy bilen mufel pejinde ýakmazdan ön onuň süzgüç kagzyny gaz gorelkasynda ýa-da elektrik plitkada gyzdyryp küle öwürmeli (kömürletmeli), ýöne ýalyn bilen ýanmaklyga ýol bermeli däl, sebäbi ýalyn bilen ýansa ýitginiň bolmagy mümkindir.

Içi maddaly göweçleri sowatmak we olaryň howadan öz-

lerine çyg çekip almazlygy üçin eksikatorlarda (agzy gowy ýanylýan çüýse gap) saklaýarlar.

Düzümünde iki molekula suwy saklaýan bariý hloridiniň – $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ düzümindäki Ba kesgitlenilende, ol BaSO_4 kristaly görnüşinde çökdürilýär. Onda:

1-nji usul: 1) alnan BaSO_4 çökündisiniň ($M_r=233,40$) düzüminde näçe gram bariniň ($A.m=137,40$) barlygy kesgitlenilýär.

233,40 gr BaSO_4 - - - - 137,40 gr. Ba saklanýar.

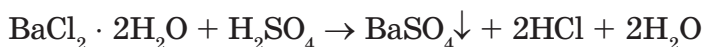
0,4644 gr BaSO_4 - - - - x gr Ba saklanýar.

233,43gr BaSO_4 – 244,31gr $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -dan alynýar.

0,5gr BaSO_4 ——— x gr $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ saklanýar

$X = 0,5 \cdot 244,31 / 233,43 = 0,52$ gr

Şular ýaly hasaplamalar has takyklygy talap etmeýär. $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -dan alynmaly çekim nusgasy 0,5-0,6 gr aralygynda bolup biler. Ýöne çekilip alynan maddanyň mukdary dördünji baha çenli takyk alynan bolmalydyr. Goý biziň alan bariý hloridimiziň çekim mukdary 0,5234 gr deň bolsun. Alnan nusganyň agramyna görä çökdürijiniň gerek mukdaryny hasaplamak kyn däldir. Deňlemä görä



onda, 244,31gr $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, üçin 98,06gr H_2SO_4 harçlanar.

0,5234gr $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bolsa – X gr H_2SO_4 gerek bolar:

$X = 0,5234 \cdot 98,06 / 244,31 = 0,21$ gr H_2SO_4 .

Indi kükürt kislotasynyň massa mukdaryndan onuň göwrümüne geceris. Tejribehanada kükürt kislotasynyň 2n ergini bar diýip alalyň we onuň 0,2101 gr mukdary 2n kükürt kislotasynyň ergininiň näçe göwrümünde saklanýar:

98,06gr H_2SO_4 1000ml erginde saklanýar

0,2101gr H_2SO_4 X ml erginde saklanýar

$$X = 0,2101 \cdot 1000 / 98,06 = 2 \text{ ml.}$$

Görnüşi ýaly 0,5234gr bariý hloridiniň – $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ çekim nusgasyndan barini çökdürmek üçin 2n kükürt kislotasynyň ergininden takmynan 2 ml gerek bolar. Bilşimiz ýaly suwda düýbünden eremeýän madda ýok. Çökündiniň az ereýjiligine garamazdan, biz hemişe onuň doly çökdürilmezligi sebäpli maddanyň ýitgisini göreris.

2) bariniň mukdaryny göterim hasabynda kesgitleýäris.

Berlen 0,4872 gr $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - - - 100% diýip hasaplaýarys.

$$\text{Alnan } 0,2733 \text{ gr} \cdot 100 / 0,4872 = 56,09\%$$

Diýmek $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ özüniň düzüminde 56,09% bariý saklaýar.

2-nji usul: 1) bariniň hasaplama faktoryny F taparys:

$$F = \text{Ar}_{\text{Ba}} / \text{M}_{\text{Ba}} \text{SO}_4 = 137,40 / 233,440 = 0,5887$$

2) bariniň mukdaryny göterim hasaby bilen şu formula boýunça kesgitleýäris:

$$\% \text{ Ba} = a \cdot F / m \cdot 100 = 0,4644 \cdot 0,5887 / 0,4872 \cdot 100 = 56,09\%$$

ýa-da

3-nji usul bilen hem işlemek bolar

$$\%_{\text{Ba}} = a \cdot A \cdot 100 / m \cdot M = 0,4644 \cdot 137,40 \cdot 100 / 0,4872 \cdot 233,40 = 56,09\%$$

Çökündiniň massasy terezilerde çekilip alnanda oturdan soň, dört san alynýar. Şoňa görä-de, hasaplama faktory we analizde alynýan netijeleriň hemmesi 4 belgili san bilen abladylmalydygyny ýatdan çykarylmalý dälär.

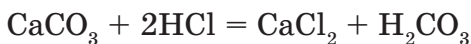
2. Kowmak usuly (bugartmak usuly)

Bu usulda derňelýän komponent temperaturanyň, kislotanyň, esasyň we ş.m täsir etmeklerinde mukdar taýdan doly uçujy birleşmeler görnüşinde kowulup çykarylýar.

Kowmak usuly öz gezeginde iki usula bölünýär:

- a) Dogry kowmak usuly,
- b) Aýlowly kowmak usuly.

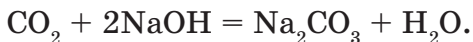
Dogry kowmak usulynda analiz edilýär uçujy komponent degişli sorujynyň kömegi bilen sorulyp alynýar. Sorujynyň agramynyň köpelmegi esasynda barlanylýan komponentiň mukdaryny kesgitleýärler. Meselem, karbonat birleşmeleriň düzümindäki CO_2 -ni kesgitlemek üçin, ony sorujy turbanyň üstünden göýberýärler. Sorujy turbanyň içini natron heki ($\text{CaO} + \text{NaOH}$) bilen doldurýarlar. Sorujy turbanyň massasynyň agrammagy esasynda CO_2 -niň mukdaryny kesgitleýärler:



ýa-da



Bölünip çykýan CO_2 -ä degişli sorujy bilen sorulýar:



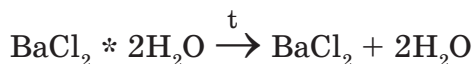
Sorujy turbanyň täsirleşmeden öňki we soňky agramynyň tapawudynyň esasynda CO_2 -niň mukdary kesgitlenilýär.

Su usul bilen, suwy özlerine çekip alýan maddalaryň (CaCl_2 , P_2O_5 , H_2SO_4) kömegi bilen suwuň mukdaryny kesgitlemek bolýar.

Aýlowly kowmak usulynda barlanylýan komponentiň mukdaryny onuň maddanyň düzüminden doly kowlup aýrylandan soň, maddanyň galan agramy, ýagny maddanyň

mukdarynyň kowulmazdan öňki we soňky çekim tapawudy boýunça hasaplaýarlar.

Meselem, bariý hlوريدiniň $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ düzümindäki kristallaşan suwy kesgitlemekde



ýa-da



CaCO_3 -üň dargadylmagyny CO_2 bölünip çykar ýaly ýörite abzalda geçirýärler. Täsirleşmeden öň we soň abzalyň agramyny çekýärler we CO_2 -niň näçe mukdarda bölünip çykandygyny kesgitleýärler.

Grawimetrik analiziň aýlowly usuly bilen materiallaryň cyglylygyny, kristallogidratlaryň düzümindäki kristallaşan suwy, ýakylandaky ýitgileri we ş.m kesgitleýärler.

3. Sada halynda bölüp çykarmak usuly

Bu usulda analiz edýän komponentimiz sada halynda bölüp çykarylýar we onuň mukdary analitiki terezide çekilýär. Meselem, splawyň düzümindäki altyn we mis mukdar taýdan şeýle kesgитlenilýär. Splawyň belli bir mukdaryny «Patysa aragynda» eredýärler we altynyň, misiň ionlaryny aýry saklaýan ergin alýarlar. Altyny misden aýyrmak üçin alnan ergine diňe altyn metal halyna çenli gaýtarýän (mis ionyna täsir etmeýän) gaýtaryjyny guýýarlar. Şeýlelik-de, ergindäki hemme altyny himiki taýdan arassa görnüşinde bölüp çykaryýarlar. Şonuň ýaly gaýtaryjylar bolup H_2O_2 , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ hyzmat edýär.

Bölünip çykan altyny süzýärler we HCl -nyň gowsak ergini bilen ýuwarlar. Soň altyny süzgüç kagyzy bilen bilelikde hakyky agramy belli bolan farfor tigeline guradýarlar, ýakýarlar, hapa we uçujy maddalardan arassalaýarlar. Eksikatorda sowadylandan soň analitiki terezide çekýärler.

Misi kesgitlemek üçin altyn aýrylandan soň galan erginiň üstüne ýuwulan suwy hem goşýarlar. Misi aýratynlykda bölüp çykarmak we onuň mukdaryny kesgitlemek üçin elektrowegetimetryk usulyýet analizini ulanmak bolýar. Onuň üçin degişli şertlerde erginiň üstünden hemişelik tok göýberýärler. Elektroliz netijesinde katodyň üstüne mis metaly sada halyna doly bölünip çykýar. Katodyň agramynyň artmagy esasynda splawyň düzüminde näçe mukdarda misiň bardygyny hasaplaýarlar.

8.6 Mukdar analizinde ionlary bölmek

Mukdar analizinde ionlary bölmegiň birnäçe usullary bardyr. Şolardan iň esasyalaryna seredip geçeliň:

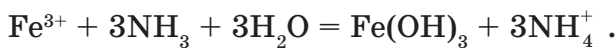
1. Himiki usulyň esasynda grawimetryk bölüp aýyrmaklyga mysallar.

a) pH gursawy ulanmak bilen demri magniden bölüp aýyrmak.

Himiki usul boýunça ionlary bölüp aýyrmak, esasan, ionlary kyn ereýän çökündiler görnüşinde çökdürmekdir.

Demri magniden bölüp aýyrmak üçin demri ammiak bilen çökdürýärler. Bularyň gidroksid görnüşinde çökmekleri dürli pH gursawlary bilen baglydyr.

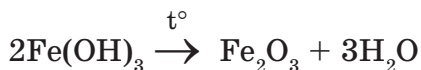
Demri magniden bölüp aýyrmaklyk erginiň pH gursawyny kadalaşdyryp (pH~5-de), demri ammiak bilen çökdürmeklikdir. Şu ýagdaýda demir mukdar taýdan demriň gidroksidi görnüşinde çökündi bolup çökýär, magniý bolsa erginde galýar:



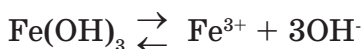
Emele gelen gyzylymtyl - çal reňkli, amorf halyndaky çökündi – demriň gidroksidiniň örän kiçi EKH ululykda çökýän formasydyr. Ýagny:

$$\text{EKH}_{\text{Fe}(\text{OH})_3}[\text{F}^{3+}\text{e}] \cdot [\text{OH}^-]^3 = 3,2 \cdot 10^{-38}$$

Ýakylanda çökýän formanyň ($\text{Fe}(\text{OH})_3$) himiki düzümi üýtgeýär we grawimetrik formasy Fe_2O_3 emele gelyär.



Mukdar taýdan demri we magnini gidroksid görnüşinde bölmeklik analiz deňagramlylyk sistemasyny ergin-çökündi görnüşinde kesgitlemekden ybaratdyr. Bu sistemalar özleriniň ereýjilikleriniň köpeltmek hasylynyň (EKH) ululygy bilen tapawutlanýarlar:



$$\text{EKH} = [\text{Fe}^{3+}] \cdot [\text{OH}^-]^3 = 3,2 \cdot 10^{-38}$$



$$\text{EKH} = [\text{Mg}^{2+}] \cdot [\text{OH}^-]^2 = 1,8 \cdot 10^{-11}.$$

Demir ionynyň haýsy pH ululygynda mukdar taýdan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ görnüşinde çökjekdigini hasaplamaly, ýagny haýsy pH-da Fe^{3+} ionynyň konsentrasiýalarynyň çökündiniň üstündäki erginde demir ionynyň molýar konsentrasiýasynyň $[\text{Fe}^{3+}] = 10^{-6}$ g-ion/dm³-a deň boljakdygyny kesgitlemeli.

Onuň üçin $\text{EKH}_{\text{Fe}(\text{OH})_3} = [\text{Fe}^{3+}] \cdot [\text{OH}^-]^3 = 3,2 \cdot 10^{-38}$ ululygyndan $[\text{OH}^-]$ ululygy tapylýar:

$$[\text{OH}^-] = \sqrt[3]{\text{EKH}_{\text{Fe}(\text{OH})_3} / [\text{Fe}^{3+}]} = \sqrt[3]{3,2 \cdot 10^{-38} / 10^{-6}} = 3,3 \cdot 10^{-11}$$

$[\text{OH}^-]$ ululygy tapylandan soň pOH-yň bahasy tapylýar:

$$\text{pOH} = -\lg [\text{OH}^-] = -\lg 3,3 \cdot 10^{-11} = -(-11 + \lg 3,3) = 10,48$$

pOH tapylandan soň pH ululygynyň bahasy tapylýar:

$$\text{pH} = 14 - \text{pOH} = 14 - 10,48 = 3,52$$

Ionlary pH-yň şu ululygynda çökdürmek mümkinçiliginiň bardygyny kesgitleýäris. Onuň üçin er-gindäki ionlaryň konsentrasiýasynyň köpeltmek hasylynyň (EKH) ululygyny, onuň $\text{Mg}(\text{OH})_2$ -niň ereýjiliginiň köpeltmek hasylynyň (EKH) ululygy bilen deňeşdirýäris. Analiz üçin alnan erginde $[\text{Mg}^{2+}] = 0,1 \text{ g-ion/dm}^3$ diýip hasap laýarys.

$$\text{EKH} = [\text{Mg}^{2+}] \cdot [\text{OH}^-]^2 = 0,1 \cdot (3,3 \cdot 10^{-11})^2 = 9,10 \cdot 10^{-23}$$

$$\text{EKH} = 9,10 \cdot 10^{-23}, < \text{EKH}_{\text{Mg}(\text{OH})_2} = 1,8 \cdot 10^{-11}.$$

Su deňlemelerden görnüşi ýaly ionlaryň konsentrasiýalarynyň köpeltmek hasyly (EKH) ereýjiligiň köpeltmek hasylyndan (EKH) azdyr. Şoňa görä-de şu görkezilen ýagdaýda, ýagny pH-da $\text{Mg}(\text{OH})_2$ çökündisi çökmez.

Analiz üçin alnan $0,1 \text{ g-ion/dm}^3$ magniý duzunyň er-gininden haýsy pH-da magniniň gidroksidiniň $\text{Mg}(\text{OH})_2$ çöküjiligini hasaplamaly.

$$\text{EKH}_{\text{Mg}(\text{OH})_2} = [\text{Mg}^{2+}] \cdot [\text{OH}^-]^2 = 1,8 \cdot 10^{-11}$$

Maglumatlaryň esasanda gidroksid ionynyň konsentrasiýasyny $[\text{OH}^-]$ -y kesgitleýäris:

$$[\text{OH}^-] = \sqrt{\text{EKH}_{\text{Mg}(\text{OH})_2} / [\text{Mg}^{2+}]} = \sqrt{1,8 \cdot 10^{-11} / 0,1} = 1,3 \cdot 10^{-5} \text{ g-ion /dm}^3$$

$$\text{pOH} = -\lg[\text{OH}^-] = -\lg 1,3 \cdot 10^{-5} = 4,89$$

$$\text{pH} = 14 - 4,89 = 9,11$$

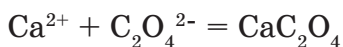
Su geçirilen hasaplamalar esasynda şeýle netije çykar-mak bolar. pH 4-9-a çenli aralykda Fe^{3+} ionlary mukdar taýdan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ görnüşinde çökýär.

Diýmek, şu mysaldan görnüşi ýaly pH-y sazlamak bilen ionlary biri-birinden aýyrmak we gidroksidler görnüşinde çökdürmek bolar. Erginde pH gursawy sazlamak üçin de-

gişli bufer erginleri ulanýarlar. Meselem, biziň ýokarky mysalymyz üçin ammiak bufer ergini (pH~7) ulanylýar.

8.7. Kompleks birleşmäniň emele gelmegi esasynda kalsini magniden bölüp aýyrmak

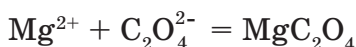
Erginde Ca^{2+} we Mg^{2+} ionlary bilelikde bar bolsa, Ca^{2+} ionyny Mg^{2+} ionyndan bölüp aýyrmak üçin erginiň üstüne artykmaç ammoniý oksalatyny $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ guýýarys. Ca^{2+} iony CaC_2O_4 görnüşinde doly çökýär. Ammoniý oksalaty Mg^{2+} iony bilen ereýji $[\text{Mg}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]^{2-}$ kompleks birleşmesini emele getirýär.



Emele gelen ak kristal şekilli CaC_2O_4 çökündiniň (çök-dürilýän formasy) ýeterlikli kiçi bahaly EKH-sy bardyr:

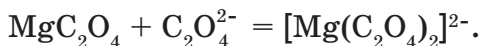
$$\text{EKH} = [\text{Ca}^{2+}] \cdot [\text{C}_2\text{O}_4^{2-}] = 2,3 \cdot 10^{-9}$$

Barlanylýan erginde saklanýan Mg^{2+} ionlary hem şunuň ýaly çökündi emele getirip biler:



$$\text{EKH } \text{MgC}_2\text{O}_4 = [\text{Mg}^{2+}] \cdot [\text{C}_2\text{O}_4^{2-}] = 8,6 \cdot 10^{-5}$$

Emma bu çökündi artykmaç alnan ammoniý oksalatyny-da kompleks ionyny emele getirýär:



Emele gelen kompleks ionynyň durnuklylygy gaty ýokary dälir:

$$K_{\text{durn}} = [\text{Mg}^{2+}] \cdot [\text{C}_2\text{O}_4^{2-}]_2 / [\text{Mg}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]^{2-} = 4,2 \cdot 10^{-5}$$

Ýokarky täsirleşmäniň deňagramlylyk konstanty (Kd) şeýle ýazylyp bilner:

$$K_D = [\text{Mg}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]^{2-} / [\text{C}_2\text{O}_4^{2-}] \cdot [\text{Mg}^{2+}] \cdot [\text{C}_2\text{O}_4^{2-}] / [\text{Mg}^{2+}] \cdot [\text{C}_2\text{O}_4^{2-}] = \\ = \text{EKH}_{\text{MgC}_2\text{O}_4} / K_{\text{durnMg}} (\text{C}_2\text{O}_4)_2^{2-} = 8,6 \cdot 10^{-5} / 4,2 \cdot 10^{-5} = 2,05$$

Konstantyň ululygyny ergindäki magniý ionynyň başky konsentrasiýasyna $[\text{Mg}^{2+}] = 0,1 \text{ g-ion/dm}^3$ bölmek bilen, Mg^{2+} ionynyň doly oksalat kompleks $[\text{Mg}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]^{2-}$ birleşmesine öwürmek üçin näçe oksalat ionynyň konsentrasiýasynyň gerekdigini taparys:

$$[\text{C}_2\text{O}_4^{2-}] = [\text{Mg}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]^{2-} / K_d = 0,1 / 2,05 = 0,05 \text{ g-ion/dm}^3,$$

şu ýagdaýda, ýagny $[\text{C}_2\text{O}_4^{2-}] = 0,05 \text{ g-ion/dm}^3$ deň bolsa, kalsiý ionyny CaC_2O_4 görnüşinde doly çökendigini barlamak üçin, ergindäki Ca^{2+} ionynyň konsentrasiasyny EKH (CaC_2O_4) ululygy esasynda şeýle kesgitlemek bolar:

$$[\text{Ca}^{2+}] = \text{EKH}_{\text{CaC}_2\text{O}_4} / [\text{C}_2\text{O}_4^{2-}] = 2,3 \cdot 10^{-9} / 0,05 = 4,6 \cdot 10^{-8} \text{ g-ion/dm}^3.$$

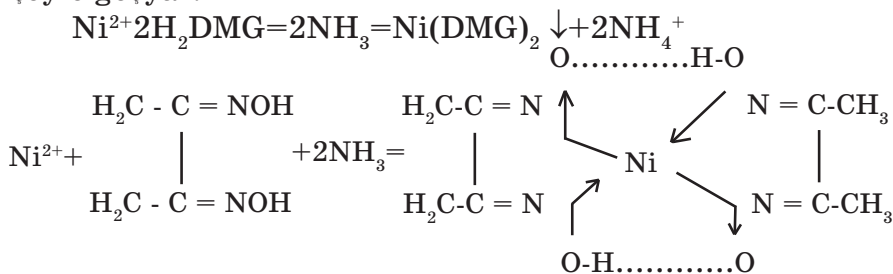
Gecirilen hasaplamanyň esasynda, erginde galan ionlarynyň konsentrasiasy Ca^{2+} -niw doly çökendigini tassyklaýar, ýagny:

$$4,6 \cdot 10^{-8} < 10^{-6} \text{ g-ion/dm}^3$$

8.8. Organiki çökdürijiniň kömegi bilen içki kompleks birleşmäniň emele gelmeginiň esasynda nikeli misden bölüp aýyrmak

Nikel ionyny mis ionyndan bölüp aýyrmak üçin dime-tilglioksimiň (H_2DMG) ammiakly ergini ulanylýar. Täsirleşmäniň netijesinde nikel iony mukdar taýdan nikel dime-tilglioksimaty görnüşinde çökýär. Mis iony bolsa bu

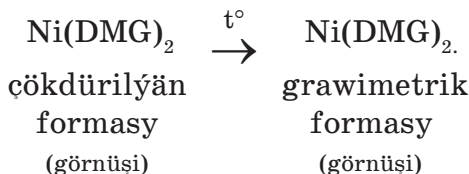
ýagdaýda erginde galýar. Nikeli çökdürmegiň täsirleşmesi şeýle geçýär.



Emele gelen çökündiniň, ýagny nikeliň dimetilglioksimatynyň gyzyň reňki bardyr we ereýjiligiň köpeltmek hasylynyň (EKH) ululygy kiçidir:

$$\text{EKH}_{\text{Nt(NDMG)}_2} = [\text{Ni}^{2+}] \cdot [\text{DMG}]_2 = 4,3 \cdot 10^{-24}$$

110-120°C-de guradylanda ýa-da ýakylanda çökündiniň himiki düzümi üýtgemeyär. Şonuň üçin hem çökündiniň çökdürilýän we grawimetrik formalary bir meňşdir.



Analiz edilýän ergindäki nikel metalynyň mukdaryny şu formula boýunça kesgitlemek bolar:

$$X_{\text{Ni}} = Q_{\text{Nt(DMG)}_2} \cdot F \cdot V_k / V_n$$

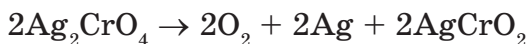
$$\text{bu ýerde } F = \text{Ni} / \text{Ni}(\text{DMG})_2 = 58,71 / 288,94 = 0,2032$$

Erginde galan mis ionyny mukdaryny kesgitlemek gerek bolsa, elektrograwimetriki usuly ulanmak bolar.

8.9 Termograwimetrik analizi

Barlaýan maddamyz gyzdyrylanda onuň faza boýunça öwrülişigini termograwimetrik (termoterezi) diýip at beril ýän analiziň kömegi bilen öwrenmek bolar. Termograwimetrik analiz, esasan, çökündileri öwrenmäge esaslanandyr. Bu usulyň kömegi bilen çökündileri haýsy temperaturada guratmak we gyzdyrmak (ýakmak) mümkindigini kesgitleýärler.

Meselem, Ag_2CrO_4 çökündisi gyzdyrylanda başdaky agramynyň azalmagy, onuň düzüminde artykmaç ýuwulan suwlaryň aýrylmagy esasynda bolýar. $92 - 212^\circ\text{C}$ temperatura aralygynda çökündiniň agramy azalman durýar. $212 - 245^\circ\text{C}$ temperatura aralygynda kislorodyň bölünip çykmagy amala aşyrylýar. Çökündiniň agramynyň azalmagy täsirleşmäniň seýle ýagdaýda geçýändigini görkezýär:



Galan garyndy kümüş metaly bilen kümüş hromitiniň garyndysydyr.

Seýlelikde, hrom ionyny Ag_2CrO_4 çökündisi görnüşinde derňejek bolsaň, ony $92-212^\circ\text{C}$ temperatura aralygynda gyzdyrmak bolar, ýagny $110-140^\circ\text{C}$ temperatura aralygyny almak bolar.

Kalsiniň we magniniň oksalatlary özlerini alyp baryşlarynda ep-esli tapawudyň bolmagy sebäpli, olary bilelikde kesgitlemäge mümkinçilik bolýar. Kalsiý oksalaty özüniň uglerodyny we artykmaç kislorody iki basgançak boýunça ýitirýär:

1. $\text{CaC}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{CaCO}_3 + \text{CO}\uparrow$,
2. $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2\uparrow$.

Magniý oksalaty bolsa emele gelmek we dargamak basgançaklaryny geçmän, täsirleşme şu aşakdaky ýaly geçýär.



Şu birleşmeleriň aşakdaky ýaly durnuklylyklary bolýar:

Birleşme	Temperatura °C	Birleşme	Temperatura °C
$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	< 100	$\text{MgC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	176
CaC_2O_4	226-398	MgC_2O_4	233-397
CaCO_3	420-660	MgO	480
CaO	>840		

Şeýlelikde, 500°C temperaturada kalsiniň karbonaty we magniniň oksidi durnukly. 900°C temperaturada diňe Ca^{2+} iony ýönekeý oksid görnüşinde bolýar. Şu iki temperaturada (500-900°C) garysýk çökündiniň agramyny denesdirmek bilen başky nusgadaky kalsiý ionynyň we magniý ionynyň mukdarlaryny kesgitlemek bolýar.

Termograwimetrik analizini geçirmezden ön her bir analiz üçin termoterezini anyklasdyrmalydyr (kalibrowka etmelidir). Onuň üçin tereziniň gapjagazyna agramy belli bolan ýüki goýmaly we bellik etmeli (meselem 100 mg we ş.m.)

8.10. Mukdar analizindäki ýalňyslyklar

Mukdar analizi geçirilende biz nähili dykgat bilen işleseň hem biziň analiz netijesinde alan mukdarymyz hakyky alynmaly mukdardan bir az tapawutlanýar, ýagny bir näçe ýalňyslyklar goýberilýär.

Özleriniň häsiýetlerine görä mukdar analiz ýalňyslyklary bir näçe topara bölünýär:

1. Yzygiderli ýalňyslyklar.
2. Tötänden bolan ýalňyslyklar.
3. Gödek ýalňyslyklar.

8.11. Yzygiderli ýalňyslyklar

Yzygiderli ýalňyslyklar şu aşakdakylardan ybaratdyr:

a) analiz edilýän usulyň we abzallaryň goýberýän ýalňyslygy (usul bilen baglanysykly ýalňyslyk). Bu ýalňyslyk analiz üçin ulanylýan usulyň goýberýän ýalňyslygy bilen baglanysyklydyr. Meselem, täsirleşmäniň doly geçmezligi, çökündiniň ereýjiligi, başga garyndylaryň esasy çökündi bilen bile çökmegi, çökündiniň ýakylanda uçup gitmegi, çökündiniň ýakylandan soň, özüne suwy çekip almagy, başga goşmaça täsirleşmäniň geçmeginiň mümkinçiligi we ş.m.

b) ýalňyslygyň ulanylýan abzallar bilen bagly bolmagy (tereziler, çeküw daşlar, ölçeýji gurallar, kolbalar, pipetkalar, we ş.m.)

c) ulanylýan reaktiwler sebäpli goýberilýän ýalňyslyklar.

Reaktiwleriň arassa bolmazlygy erginleriň konsentrasiýasynyň nädogry taýýarlanylmagy hem-de işçi erginiň titriniň nädogry taýýarlanylmagy, işçi erginiň titriniň nädogry kesgitlenmegi bilen bagly bolmagy mümkin.

d) işiň ýerine ýetirilişi bilen bagly bolan ýalňyslyklar.

Analitiki himiýada geçirilýän iş dogry ýa-da ýeterlikli doly geçirilmese şu ýalňyslyklar bolýar, ýagny çökündileriň doly ýuwulmazlyklary netijäniň mukdaryny köpeldýär ýa-da çökündi gereginden köp ýuwulsa, yzygiderli ýitgi bolýar. Çökündiniň gereginden az ýa-da köp ýakylmagy. Çökündiniň stakandan göweje dogry geçirilmezligi, pipetkadan erginiň goýberilmezligi, ýagny goýberilmek usulynyň nädogry bolmagy we başga-da köp zatlar bilen bagly bolmagy mümkin.

e) aýratynlykdaky ýalňyslyklar. Bu ýalňyslyklar talyplaryň iş basarjaňlyklary bilen baglanysyklydyr.

Talyplaryň birnäçesi tejribäni geçirende netijäni öz ýoldaşynyň netijesine ýa-da ondan öň şol iş geçirilen bolsa şolaryň netijesine meňzetjek bolýarlar. Beýle edip netije almaklyk birnäçe ýalňyslyklara eltýär. Şonuň üçin her bir talyp özbaşdak, talaba laýyk ýagdaýda işlemelidir we öz dogry netijesini almalydyr, özbaşdak iş basarjaňlygynda alnan netijäniň üsti bilen maglumatlary görkezmelidir.

8.12. Tötänden bolan ýalňyslyklar

Tötänden bolan ýalňyslyklar dürli sebäplere görä bolýarlar. Meselem, temperaturanyň üýtgemegi, işde aljyraňlylyk, başagaýlyk, çökündiniň bir bölegini bilmezlikden ýitirmeklik we ş.m.

Tötänden bolan ýalňyslygy yzygiderli ýalňyslyk ýaly, haýsy hem bolsa bir düzediş girizmek bilen aýryp ýa-da azaldyp bolmaýar. Ýöne ony köp deňeşdirme tejribeleri geçirmek bilen kän azaltmak bolýar. Soň alnan netijeleriň ortaçasy bilen deňeşdirip tötänden bolan ýalňyslygy kesgitleýärler.

Meselem, 9,44; 9,55; 9,21; 9,53; 9,50; 9,20; 9,19. Sanlaryň jemi tapylyp, olaryň umumy sanyna bölünýär:

$$(9,44 + 9,55 + 9,53 + 9,21 + 9,50 + 9,20 + 9,19)/7 = 9,37.$$

Tötänden bolýan ýalňyslygy analiziň netijesine täsir etmez ýaly nazary taýdan göz önünde tutmak bolar.

Onuň üçin köp parallel geçirilýän tejribeleriň netijelerini hasabyýet statistik usulynyň kömegi bilen işlemek bolar.

8.13. Gödek ýalňyslyklar

Gödek ýalňyslyklar analiziň netijesine örän uly täsir edýärler. Gödek ýalňyslyklar, esasan, terezilerde barlaýan maddamyz dogry çekilmese, çökündi bölünip aýrylanda birnäçe böleginiň ýitirilmegi, titrlemeklik geçirilen wagtynda harçlanylýan işçi erginiň göwrümi býuretkanyň şkalasyndan nädogry hasaplanylmagy, erginiň çökündini almak üçin nädogry guýulmagy we ş.m. gödek ýalňyslyklara getirýärler. Eger-de, parallel geçirilen analizleriň içinde gödek ýalňyslyklaryň netijesi bar bolsa, ýagny netijeleri beýleki analizlerden uly tapawutlanýan bolsalar onda olary aýryp taşlamaly. Ýogsam gödek ýalňyslyklar sebäpli analiz geçirýän maddamyzyň ýa-da elementimiziň netijesi dogry bolmaz.

Mukdar analizinde absolýut we otnositel ýalňyslyklary tapawutlandyrýarlar. Ýalňyslygy absolýut birlikde bilmekden (g-mg%) otnositel ýalňyslygy kesgitlemek örän möhümdir.

Absolýut ýalňyslyk. Bu barlaýan maddamyzyň alnan netijesiniň ululygynyň onuň hakyky bahasyndan tapawudydyr.

Meselem kristal halyndaky bariý hlorigidniň düzümin-den 14,70% kristallan suw tapylyan. $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ formula boýunça kesgitlenende kristallan suw 14,75% hasaplanylýan. Analiziň absolýut ýalňyslygy (A) şeýle bolar:

$$A = 14,70 - 14,75 = - 0,05\% .$$

Otnositel ýalňyslyk. Bu absolýut ýalňyslygyň ölçelýän ululygyň hakyky bahasyna bolan gatnaşygy bolup, ol 100-e köpeldilýär. Meselem, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -nyň düzümindäki kristallan suw ölçenilende otnositel ýalňyslyk (*Da*) göterim hasabynda aňladylýar :

$$Da = \frac{-0,05}{14,75} \cdot 100\% = -0,34\% .$$

Has düşnükli bolmak üçin ýene bir mysala seredeliň.

Bir litr ergindäki duzuň hakyky agramy 0,5234 g-a deňdir. Analiz geçirilende onuň bir litrdäki agramy 0,5218 g-a deň bolupdyr. Şu alnan netijäniň absolýut we otnositel ýalňyslyklaryny kesgitlemeli.

$$A = 0,5218 - 0,5234 = - 0,0016 \text{ g} .$$

Bu ýerde aýyrmak ýa-da goşmak belliklerini goýmak hökman däl, sebäbi ikisi hem bir ýalňyslyk.

$$Da = \frac{-0,0016}{0,5234} \cdot 100\% = -0,31\% .$$

Otnositel ýalňyslygy umumy görnüşde şeýle ýazmak bolar:

$$Da = \frac{A \cdot 100 \%}{\text{hakyky baha}} .$$

Eger-de barlaýan maddamyzyň ululygynyň hakyky bahasy belli bolmasa, onda onuň ýerine köp gezek gaýtalanlan parallel tejribeleriň ortaça arifmetik ululygyny (x_0)-y almak bolar. Ortaça arifmetik ululyk bilen her bir tejribäniň netijesinde emele gelen ululygy x_1 -e deňeşdirýärler. Ortaça arifmetik ululyk bilen deňeşdirilip alnan her bir netijäniň bahasyny şeýle kesgitlemek bolar: $d=x_1-x_0$. Şolaryň esasynda analiziň dogry geçirilendigini kesgitlemek bolar. Ortaça arifmetik ululykdan tapawudy absolýut birlikde ýa-da ortaça ululygyň bahasyny 100% diýip hasaplap,otnositel ýalňyslygy kesgitlemek bolar.

Hasaplamagy geçirmek üçin ortaça arifmetik sany birnäçe parallel geçirilen tejribeleriň esasynda çykarýarlar. Meselem, aýdalyň $x_1, x_2, x_3, x_4, \dots, X_n$ netijeler alnan.

Ýokarda aýdysymyz ýaly ortaça arifmetiki bahany wo bilen bellesek, onda:

$$x_0 = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + \dots + x_n}{n} ,$$

bu ýerde n - tejribäniň näçe gezek gaýtalanyp geçirilendigini görkezýär.

Ortaça tapawudy ýa-da gysarmany Δ_{ort} her bir tejribäniň gysarmasynyň ortaça arifmetik san bahasy bilen deňeşdirilip alnandaky jemini geçirilen tejribäniň sanyna bölüp alýarys.

$$\Delta_{\text{ort}} = \frac{\sum [x_1 - x_0]}{n} . \quad (2)$$

Ýalňyslygy has takyk hasaplamak üçin her bir gözegçiligiň Δ_{ort} ululygynyň ýerine ýerine ortaça kwadratlaýyn ýalňyslygyny (δ) şu formula boýunça hasaplaýarlar:

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum (x_i - x_0)^2}{n-1}}. \quad (3)$$

Umuman (2) we (3) formulalar boýunça hasaplanylýp alnan sanlar bir-birlerine ýakyndyr. Şonuň üçin, adatdaky ýagdaýlarda (2) formuladan peýdalanmaklyk ýeterlikdir.

Mukdar analizinde ýalňyslygy hasaplamagyň usuly has takyk düşnükli bolar ýaly bir meselä seredip geçeliň.

Suw turbalaryndan akýan suwuň umumy talhlygy kesgitlenilende şunuň ýaly netijeler alnan: 9,44; 9,55; 9,53; 9,21; 9,50; 9,20; 9,19. Alnan netijeler esasynda suwuň talhlygynyň ortaça kwadratlaýyn ýalňyslygyny kesgitlemeli.

Tejribe esasynda alnan netijeleriň ortaça bahasyny tapýarys:

$$x_0 = \frac{9,44 + 9,55 + 9,53 + 9,21 + 9,50 + 9,20 + 9,19}{7} = 9,37.$$

Her analiziň netijesini ortaça alnan netijeden tapawutlandyryarys.

$$d = x_i - x_0$$

$$d_1 =$$

$$d_2 =$$

$$d_3 =$$

$$d_4 =$$

$$d_5 =$$

$$d_6 =$$

$$d_7 =$$

Şu tapawutlaryň alamatlaryny taslaýarys.

Ortaça gysarmany şu formula boýunça hasaplaýarys:

$$\Delta_{\text{ort}} = \frac{\sum (x_i - x_0)}{n} .$$

Şeýlelikde, ortaça netijäni şu aşakdaky ýaly ýazmak bolar:

$$x_0 = 9,37 \pm 0,05.$$

Has takyk hasaplamak üçin şu aşakdaky deňlemäni ulanýarys:

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum (x_i - x_0)^2}{n-1}} .$$

Analizçiniň öňünde analiziň dogry geçirilendigi-ni bilmek wezipesi durýar. Biziň ýokarda görşümüz ýaly özleriniň atlandyryşlaryna görä ýalňyslyklar absolýut we otnositel, gelip çykyşlary boýunça yzygiderli we tötänden bolýarlar. Ýalňyslyklara dogry häsiýetnama bermek üçin olaryň dogrulygyny we gaýtalananda alynýan netijelerini kesgitlemekligi başarmaly. Ýalňyslygyň dogrulygy onuň hakyky bahasy bilen tejribe netijesinde alnan bahasynyň ululygy ýakyn bolmagydyr. Öndürijilik bu eksperimentler parallel gaýtalananda alynýan netijeleriň bir-birine ýakyn bolmaklarydyr. Analiziň dogrulygy yzygiderli ýalňyslyklar boýunça, gaýtalananda alynýan netijeler bolsa tötänden bolýan ýalňyslyklar bilen kesgitlenýär.

Şu ýalňyslyklaryň içinde in howplusy yzygiderli ýal-ňyslykdyr, sebäbi olary hemişe ýüze çykarmak başartmaýar. Bu ýalňyslyklary ýüze çykarmagyň birnäçe görnüşleri bar-dyr. Şolaryň içinden in köp ulanylýany tejribe (eksperiment) netijesinde alnan, haýsy hem bolsa bir elementiň muk-daryny sol elementiň standart erginde saklaýan mukdary bilen dürli usullaryň esasynda deňeşdirmekdir. Eger-de, tej-ribe netijesinde we standart erginde gözlenilýän elementiň

mukdary dürli usullarda (goýberilýän ýalnyslyklara görä) ýakyn bolsa, onda analitiki analiz dogry geçirilipdir diýip hasaplanýar.

9. ÇEKÛW ANALIZI

Grawimetrik analiziň çökdürmek usulynyň asyl many-sy, kesgitlenýän elementi sistemadan kyn bolan birleşme görnüşinde bölüp çykarmakdan, ony süzmekden, ýuwmakdan we terezide çekmekden ybaratdyr (çekilýän görnüşi).

Analiziň dogrulygy we takyklygy çökdürilýän görnüşiň, çökdürijiniň, çekilýän görnüşiň we çökdürme sertleriniň: (erginleriň konsentrasiýasynyň, kislotalaryň, temperaturasynyň, sistemanyň ion duzüminiň we ş.m) maksadalaýyk saýlap alynmagyna baglydyr. Şu görkezilen faktorlaryň hemmesi çökme hadysasynyň doly geçmegine we alnan çökündiniň arassalygyna güýçli täsir edýärler.

Köp ýagdaýlarda çökdürmäni sistemanyň minimal doýgunlaşmagynda we eger mümkin bolsa ýüze çykýan reagentler üçin çökdürmäni ýokary doýgunlaşmada (gyzdyrylan, konsentirlenen erginleriň çalt birleşmeginde) we çökündili sistemany garyndylaryň adsorbsiýasyny azaltmak üçin örän tiz, suw bilen (suwukluklandyrmak üsti bilen) geçirmegi maslahat berýärler.

Kristal çökündiler erginde 4-24 sagadyň dowamynda saklanýar, emma amorf çökündiler saklanmaýarlar.

9.1. Gury garyndydaky barini kesgitlemek

Alnan garyndyny suwda eredýärler we çökdürmäni suwuklandyrylan, gyzdyrylan tursadylyan erginde, kükürt kislotasynyň suwuklandyrylan erginini damja-damjadan goşmak we garmak bilen geçirmeli.

Çökdüriji $- \text{H}_2\text{SO}_4$.

Çökdürilýan görnüs – BaSO_4 .

Çekilýan görnüs – BaSO_4 .

Gerekli reagentler:

BaCl_2 duzy

H_2SO_4 ; 0,2N ergini

HCl ; 2N ergini

AgNO_3 , 1% -li ergini, damjadan.

Kesgitlemäniň usulyýeti

Analiz üçin býuksda (kiçeňräjik agzy gapakly aýna gapda) 0,3-0,4 gr garyndy çekip almaly. Ilki bilen garyndyly býuksy tehniki terezide, soňra bolsa analitiki terezide (2 mg takyklyk bilen) çekmeli.

Garyndyny 250-300 ml göwrümlü stakana guýmaly we içinde garyndynyň galyndysy bar bolan býuksy analitiki terezide çekmeli. Nusganyň agramyny $m=m_1-m_2$ tapawut boýunça hasaplaýarlar.

Bu ýerde m_1 – býuksyň garyndy bilen bilelikdäki agramy, m_2 – býuksyň içindäki nusga alnandan soňra galan tozanjyklary bilen agramy.

Bulgura geçirilen nusgany 100-150ml distillirlenen suwda eredýärler we alnan ergine 60-70°C-ä çenli gyzdyrylan 2ml 2N duz kislotasynyň erginini goşulýar. Ba^{2+} ionynyň çökdürilmegi gyzgyn erginine kükürt kislotasynyň ergininiň hasaplanan mukdaryny (100% artdyrmak bilen) býuretkadan damjalap goşmak we üznüksiz garylyp geçirilýär. Sistema ikä bölünenden soňra çökdürmäniň doly geçendigini barlamaly. Çökündi – BaSO_4 , erginiň içinde indiki sapaga çenli çökündiniň ösmegi, köpelmegi üçin goýulýar. Eger çökdürmäniň ön ýanyndan sistema 2-3 ml 1% -li kükürt kislotasynyň ergini goşulsa, onda çökündini 30 min geçenden soň süzmek bolar. Süzme hadysasy gök

lentalý dykyz süzgüjiň üstünden dekantasiýa usuly boýunça geçirilýär. Ýuwyň suwuklyk hökmünde distillirlenen ýyly suw ulanylýar. Çökündini guradyjy şafda guratmaly we soňra göweçde ýerleşdirip (hemişelik massa geçirmeli), süzgüji kömürleşdirmeli we çökündini peçde köýdürmeli (hemişelik massa çenli).

Hasaplamalar

Analiziň netijesinde Ba^{2+} ionynyň nusgadaky mukdary % hasabynda şeýle aňladylbar:

$$\% \text{ Ba} = \frac{aA}{mM} 100$$

Bu ýerde a – çökündiniň massasy, m – nusganyň agramy, A – bariniň otnositel atom massasy, M – BaSO_4 -iň otnositel molekulýar massasy.

9.2 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kristallogidratynda kristallaşan suwy kesgitlemek

Barlanylýan maddany (nusgany) çekmek. Barlanylýan maddany çekmek üçin peýdalanylýan buýksy ilki bilen oňat ýuw soňra, guratmaly. Ol guradylanda agzy açyk bolmaly, agramy çekilende bolsa ýapyk bolmaly. Şondan soňra buýksy gapagy bilen analitiki terezide çekmeli. Tehniki terezide $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -dan 1,5 gr çekmeli we buýksa ýerleşdirmeli hem-de analitiki terezide agramyny çekmeli.

Guratmak: içi duzly buýksy guradyjy şkafa ýerleşdirmeli hem-de $120\text{--}125^\circ\text{C}$ temperaturada 2 sagat saklamaly, sowatmaga goýmaly, 20 min geçenden soňra analitiki terezide çekmeli. Soňra ýene-de içi duzly buýksy guradyjy şkafda 1 sagada golaý wagt saklamaly, sowatmaly, agramyny çekmeli. Umuman aýdanymyzda bu geçirilmeli işleri üç gezek gaýtalap ýerine ýetirmeli.

Hasaplama geçirmegiň tertibi:

İçi maddaly buýksyň agramy – g -da

Býuksyň öz agamy – g-da
Nusganyň agramy – g-da

Içi maddaly guradylandan soňky agramy

1-nji gezek:

2-nji gezek:

3-nji gezek:

Nusgada kristallaşan suwuň agramy $m = m_1 - m_2$

M_1 (içi maddaly býuksyň guradylmazyndan öň agramy)
– m_2 (içi maddaly býuksyň guradylandan soň agramy).

Soňra proporsiýanyň kömegi bilen kristallaşan suwuň mukdaryny göterim hasabynda hasaplap bilýäris.

Gecirilen analiziň takyklygyny barlamak.

244,3 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 36,03 g H_2O saklanýar

100g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – x g H_2O saklanýar.

$$x = \frac{36,03 \cdot 100}{244,3} = 14,75.$$

$A = m(\text{tej. g}) - m(\text{naz. g}) = \text{absolýut ýalňyslyklar} = \text{g};$

$$D = \frac{(\text{absol. ýalňys}) \cdot 100}{m(\text{naz. g})} \quad \text{otnositel ýalňyslyk} = \%$$

$$D = \frac{A}{m(\text{naz. g})} \cdot 100 = \%.$$

Kislota-esas titrleme usuly

Kislotalaryň we asgarlaryň titrlenlen erginlerini taýýarlamak

a) konsentrirlenen duz kislotasyndan ($d = 1,19$) 0,1 N HCl ergini taýýarlamak.

0,1 N duz kislotasynyň erginini taýýarlamak üçin adaty konsentrirlenen kislotalardan peýdalanylýar. Duz kislotasynyň dykzlygy $1,19 \text{ g/sm}^3$ «tüsseleýär» ýa-da ergin taýýarlamak üçin az konsentrasiýaly, meselem 20 %-li ergini almak amatly bolýar.

Dykzlygy areometr bilen kesgitlenýär, soňra duz kislotasynyň göterim konsentrasiýasyny bilýärler we 500 ml 0,1 N ergin taýýarlamak üçin bu kislotadan näçe almanydygyny hasaplaýarlar. HCl ergini taýýarlamak üçin $3,646 : 2 = 1,823 \text{ g}$. Muny bilip şu gatnaşygy düzýärler:

100 g ergin – 38 g HCl saklaýar.

$$X_g - 1,823 \text{ g HCl}$$

$$X = \frac{100 \cdot 1,823}{38} = 4,8 \text{ g}$$

$$4,8 : 1,19 = 4,0 \text{ ml.}$$

Soňra 4ml kislotany ölçeýärler we ony kolba geçirýärler, soňra 500 ml ölçeqli kolbanyň belligine çenli suw guýýarlar, kolbany dyky bilen ýapýarlar, soňra onuň normallygy natriý karbonaty ýa-da natriý tetraboraty arkaly kesgitlenilýär.

b) natriý tetraboratynyň, 0,1 N erginini taýýarlamak (bura). Duz kislotasynyň titr erginini taýýarlamak üçin natriý tetraboratynyň kristallogidraty alynýar. Bu duz başlangyç maddalara edilýän talaplary kanagatlandyrmaly, ýöne

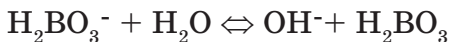
ol sowuk suwda otnositel haýal ereýär (2:100). Duz (kükürt) kislotasy bilen titrlenende gaýtadan kristallasdyrylan önümi peýdalanylýar.

Natriý tetraboratynyň gaýtadan kristallasdyrylyşyny şu usul bilen geçirmek maslahat berilýär. 50-60°C-da duzuň doýgun erginini taýýarlaýarlar, gyzdyryp guýguçdan süzýärler. Süzülen ergini 30°C-ä çenli sowadýarlar we duzly suwda ýerleşdirýärler, soňra 20-30 min dowamynda aýna taýajyk bilen garýarlar. Alnan ownuk kristallar Býuhneriň guýguynda sorulýar, duzy distillirlenen suw (2-4°C) bilen ýuwyýarlar we otag temperaturasynda guradýarlar.

Natriý tetraboraty duz kislotasy bilen özara täsirleşende täsirleşme geçýär, ony aşakdaky shema boýunça aňlatmak mümkin:



H_2BO_3^- -iony erginde gidrolize sezewar bolýar.



OH^- ionlary kislotalar bilen titrlenýär we gidroliz ahyryna çenli geçýär.

Titrlmegiň jemi aşakdaky deňleme boýunça aňladylýar:



$$E \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O} = M/2 = 381,37/2=190,63$$

$$m_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7} \cdot 10\text{H}_2\text{O} = E \cdot N \cdot V/1000 = 190,63 \cdot 0,1 \cdot 50/1000 = 4,77 \text{ (g)}$$

Içi $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ -ly býuksyň massasy – 25,3642g

Boş býuksyň agramy – 20,5932g

(Boş býuksyň agramyny aýranyňda) – 4,7710g

$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ massasy = 4,7710 (g)

250 millilitrlik kolbanyň – göwrümüne distillirlenen suw, ýagny natriý tetraboratynyň eremegi üçin goşýarlar, suw hammamynda gyzdyrýarlar, duz doly ereýänçä garýarlar.

Erginiň titri we normallygy hasaplananda şu formulalardan peýdalanylýar:

$$T_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}} = m/V = 4,7710/250 = 0,01908 \text{ (g/ml)}$$

$$N_{\text{guz}} = T \cdot 1000/\dot{Y} = 0,01908 \cdot 1000/191,04 = 0,1004 \text{ (g-ekw/l)}$$

c) natriý tetraboraty boýunça titrleme usuly arkaly duz kislotasynyň ergininiň titrini kesgitlemek.

25 millilitrlik arassa pipetkany alýarlar, ony natriý tetraboratynyň (ölçeqli kolbadan) ergini bilen çaykaýarlar. Pipetkany bellige çenli ergin bilen doldurýarlar we titrlemek üçin 250 ml kolba geçirýärler, 2-3 damja metil mämişini (indikatory) goşýarlar. Býuretkany titrlemeden öň 2 gezek duz kislotasynyň azyrak mukdary bilen ýuwýarlar we titrlemegi mämişi reňk bolýança dowam etmeli.

Titrlemegi 3-4 gezek geçirmeli we alnan netijeden has takyk gelyänini almaly, ortaça ululygy hasaplamaly.

Meselem:

1-nji titrleme – 24,92 ml HCl.

2-nji titrleme – 24,76 ml Hl.

3-nji titrleme – 24,80 ml HCl.

4-nji titrleme – 24,78 ml HCl.

$$V_{\text{ort}} = \frac{24,76 + 24,80 + 24,78}{3} = 24,78 \text{ ml.}$$

Titrlemeden soňra duz kislotasynyň normallygy hasaplanýar:

$$N_{\text{duz}} V_{\text{duz}} = N_{\text{kis}} V_{\text{kis}}$$

$$N_{\text{kis}} = \frac{N_{\text{duz}} \cdot V_{\text{duz}}}{V_{\text{kis}}} = \frac{0,1008 \cdot 25,0}{24,78} = 0,1013 \text{ (g - ekw/l)}$$

9.3 Gury garyndydaky sulfatyň kesgitlenilişi

Garyndynyň çekilip alnan mukdaryny distillirlenen suwda eretmeli. Soňra tursy gursawda çökdürijiniň, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -nyň gowsadylan gyzygyn ergininiň damjalaryny goşmak bilen çökdürmeli:

Reaktiwler we enjamlar:

$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 1% -li ergin,

HCl , 2N ergin,

AgNO_3 , 1% -li ergin,

Na_2SO_4 , nusga, analiz üçin alynýan madda.

Kesgitleniş usuly

Analiz üçin garyndynyň 0,3-0,4 gr mukdaryny býuksda çekip almaly. Ilki býuksy analiz edilýňän madda bilen billemekde tehniki terezide çekmeli. Soňra analitiki tereziniň kömegi bilen garyndynyň mukdaryny has takyk çekmelidir. Çekilen garyndyny göwrümi 250-300 ml bolan bulgura geçirmeli, emma içinde garyndynyň galyndysy bolan býuksy täzedan analitiki terezide çekmelidir. Garyndynyň çekilip alnan mukdaryny býuksyň çekilen (1 we 2-nji) ýagdaýlarynyň tapawudy boýunça kesgitlemelidir. Stakandaky garyndyny 100-150 ml distillirlenen suwda eretmeli we 60-70°C-ä çenli gyzydymaly we onuň üstüne duz kislotasynyň (HCl) 2N ergininiň 2-ni goşmaly.

SO_4^{2-} iony çökdürmekligi gyzydymaly erginde $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -nyň 1% -li ergininiň kesgitlenen mukdaryny býuretkadan damja görnüşinde guýmak bilen geçirmelidir. Sistemany aýna taýajygynyň kömegi bilen yzygiderli garyp durmalydyr. Soňra sistema dem bermelidir (sistemany az wagtlap goýmaly) we çökdürmäniň doly geçenligini barlamaly. Çökündi köpeler ýaly erginiň içinde indiki sapaga çenli goýmaly.

Çökündini dekantasiýa usuly boýunça gök lentaly dykyz süzgüjiň kömegi bilen süzmeli. Çökündini ýuwmak üçin ýuwujy suwuklyk hökmünde ýyly distillirlenen suwy peýdalanmalydyr.. Yuwmaklygy tä hlor ionyna otrisatel reaksiýa bolýançadowam etmelidir. Alnan çökündini çalarak çygly ýagdaýyna çenli guradyjy şafda guratmaly, soňra ony göweçde ýerleşdirip, süzýän kagyz köýýänçä kömürleşdirmeli. Temperaturany ýuwaş-ýuwaşdan ýokarlandyrmak bilen tigeldäkini hemişelik massasyna çenli ýakmaly.

Hasaplamalar

Analiziň netijeleri synagdaky SO_4^{2-} ionlarynyň % mukdaryny aňladýar.

$$\% \text{SO}_4^{2-} = \frac{a \cdot A \cdot 100}{M \cdot m} .$$

Bu ýerde A-absolýut, D-otnositel ýalňyslyklaryň hasaplanylyşy.

$$18,3 - 17,6 = 0,7 \text{ gr çekip alnan çökündiniň agramy}$$

$$\text{Mr}(\text{BaSO}_4) = 233,4$$

$$\text{Mr}(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 119,06$$

$$\text{Mr}(\text{SO}_4^{2-}) = 96,06$$

$$\% \text{SO}_4^{2-} = \frac{0,7 \cdot 96,06 \cdot 100}{0,4 \cdot 233,4} = \frac{672,2}{93,36} = 72,02\% \quad \text{tejribede tapylany.}$$

Nazaryýetde:

$$119,06 \text{ gr Na}_2\text{SO}_4 - 96,06 \text{ gr} - \text{SO}_4^{2-} \text{ saklanýar.}$$

$$100\text{gr} - X \text{ gr}$$

$$X = 100 * 96,06 / 93,36 = 80,68\%$$

$$X = 80,68\%$$

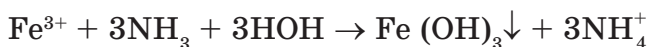
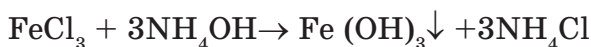
$$\text{Absolýut} - A = 72,02\% - 80,68\% = -8,66\%$$

$$\text{Otnositel} - D = \frac{(-8,66) \cdot 100}{80,68} = 10,73\%.$$

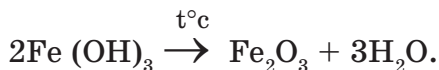
9.4. Metallaryň oksidleriniň kesgitlenilişi

Bu usul ammiagyň suwdaky erginini (NH_4OH) demriň (III) ionyna (Fe^{3+}) täsir etmek bilen ony $\text{Fe}(\text{OH})_3$ görnüşinde çökdürmäge, çökdürilen formany ýakmak bilen çekiw formany Fe_2O_3 almaga we ondaky demriň mukdaryny kesgitlemäge esaslanandyr.

Çökdürilýän formanyň alnysyny aşakdaky himiki deňleme bilen aňlatmak bolar:



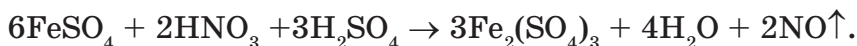
Demriň (III) gidrooksidi ýakylan mahalynda, onuň (III) oksidi emele geler:



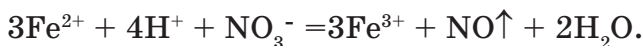
1400-1500°C-da demriň (III) oksidi köýdürilende ol demir (II) oksidine çenli gaýtarylýar:



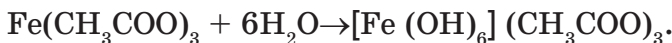
Ýöne, eger sowadylan Fe_3O_4 -i göweje salyp, oňa goýy azot kislotasynyň (HNO_3) bir damjasy damdyrylsa we gaz gorelkasynyň ýalnynda seresaplylyk bilen gyzdyrylsa, onda gaýtarylan demir okislenýär:



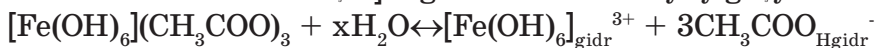
Demir gidroksidini gyzdyrylan erginlerinden çökdürýärler. Munuň üçin demriň duzlary gidrolize sezewar edilýär, mysal üçin:



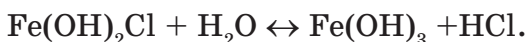
Deňlemenden görnüşi ýaly, demriň (III) esas duzy emele gelýär:



Sonuň üçin [gidrolizi tiz geçirmek we (II) demri (III) demre oksidlendirmek üçin] ergine azot kislotasyny gosýarlar:

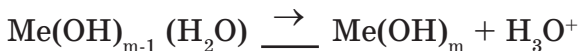


ýa-da



Metallaryň oksidlerini aşadaky usullar boýunça açmak bolar:

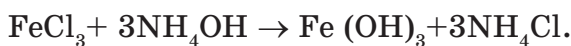
a) protoliziň deňagramlylygyny saga (olaryň duzlarynyň gidrolizini ahyryna çenli geçirmek) süýşürmek bilen, çagny bölünip çykcan protonlary az ionlaşcan birleşmelere baglanysdyrmak (gidrolitiki usul) bilen almak bolar. Mysal üçin:



b) protoliziň deňagramlylygyny çepesüýşürmek bilen, ýagny kislota bölünip çykarylýar we metalyň kationy, onuň akwokompleksinden ammiagyň suw ergini arkaly çökdürilýär. Amorf çökündileriň emele gelýän ýagdaýynda, sistemada koagulierleýji elektrolit bolmalydyr.

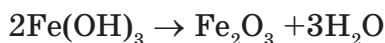
9. 5. Demriň kesgitlenilişi

Erginiň az doýgun ýagdaýynda (nusgawy usul) we has doýgun ýagdaýynda (Tananaýewiň usuly), demri çökdürmek bilen onuň mukdaryny kesgitlemek bolýar. Iki ýagdaýda hem II walentli demri III walentli demre çenli okislendirmek hökmandyr. Sebäbi III walentli demir çökdürilýän formanyň az eremeçligini we çekilýän formanyň durnuklylygyny üpjün edýär. Demri kesgitlemek üçin onuň III walentli duzunyň erginine ammiagyň suw ergininiň artykmaç mukdaryny täsir etdirýärler we demri $\text{Fe}(\text{OH})_3$ görnüşinde çökdürýärler:



Erginde, ammiak bilen çökdürilýän beýleki elementler (demirden başga) bolmaly däldir.

Demriň (III) gidroksidi ýakylanda, onuň III walentli suwsuz oksidi emele gelýär:



Bu ýerde: $\text{Fe}(\text{OH})_3$ -çökdürilýän forma; Fe_2O_3 – çekilýän forma;

Gaplar we reaktiwler

1. Göwrümi 400 ml bulgur.
2. Çüýseden ýasalan guýguç,
3. Aýna taýajygy,
4. Süzgüç kagyzy,
5. Damdyryjy,
6. FeCl_3 ergini,
7. HCl ýa-da HNO_3 ,
8. NH_4OH -nyň gowsadylan (I:I) ergini,
9. Distillirlenen suw.

Kesgitlemäniň geçirilişi: 0,1 g demir saklaýan, demriň (III) hloridiniň erginini, göwrümi 400 ml bolan stakanda ýerleşdirýärler. Soňra azot ýa-da duz kislotasynyň 5 damjasyny damdyryp, 200 ml-e çenli suw goşýarlar. Ergini gaýnaýan ýagdaýyna çenli gyzdyrýarlar we ona, tä stakanyň üstünde (howada) ammiagyň ysy peýda bolýança, ammiagyň gowsadylan (I:I) erginini az-azdan guýýarlar. Bu ýagdaýda, ergini yzygiderli bulap durýarlar. Soňra çökündä dem (rahatlyk) berýärler.

Çökdürilen formany, diametri 2 sm bolan gara ýa-da gyzyl lentaly süzgüç kagyzy bilen süzýärler. Çökündini gyzgyn suw bilen dekantasiýa usuly boýunça ýuwyýarlar. ýuwmaklygy tä, kümüş nitratynyň AgNO_3 hlor ionyna Cl^- bolan reaksiýasy tamamlanýança dowam edýärler.

Soňra çökündini guradýarlar we süzgüç kagyzy bilen bilelikde göweje salyp, müfel pejinde ýakýarlar (köydürýärler). Bu hadysany 80°C -da tigeliň hemişelik massasyna çenli dowam edýärler. Hemişelik massasyna çenli köýdürilip (ýakylyp) alnan çekim formamyz demriň (III) oksididir (Fe_2O_3). Soňra alnan Fe_2O_3 -ün düzümindäki demir ionynyň (Fe^{3+}) mukdaryny kesgitleýärler. Analiziň netijelerini depdere ýazýarlar we başdga alnan nusgadaky demriň mukdaryny kesgitleýärler.

Analiziň hasaplanýş formasy (nusga).

Ergindäki demriň mukdarynyň kesgitlenilişi.

1. Tigeli hemişelik agramyna ýetirmek. Köýdürmekligiň dowamlylygy : 40 min boş we maddaly göwejiň hemişelik agramyny almak üçin azyndan 3 gezek köýdürme gaýtalanýlar. 40 min köýdürilenden soň 15-20 min sowadyýar. Soňra çekilýär. 10,2123 g.

--/-- --/-- : 15 min. : --/-- 10,2123 g.

Boş göwejiň hemişelik agramy g.: 10,2122g.

2. Demriň çökdürilişi :

Çökdürme ammiagyň ergininiň kömegi bilen amala aşyrylýar. Çökündini dykyz däl gyzyl lentaly süzgüç bilen

süzýärler. Soňra çökündini gyzgyn suw bilen, tä kümüş nitratynyň AgNO_3 hlor ionyna (Cl^-) bolan reaksiýasy tamamlanýança ýuwürlar.

3. Çökündini guratmak we göweçde köydürmek.

1-nji çekim: 10,4978g.

2-nji çekim: 10,4954g.

3-nji çekim: 10,4954g.

Göwejiň çökündi bilen bilelikdäki hemişelik agramy:
10,4954 g.

4. Hasaplamak.

10,4954 g – içi çökündili göwejiň agramy

10,2122 g – göwejiň agramy

0,2832 g – çökündi bilen süzgüjiň külüniň agramy

0,0002 g – süzgüjiň külüniň agramy

0,2830 g – arassa çökündiniň agramy.

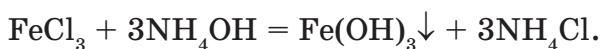
Synagdaky demriň mukdary:

0,2830 g · 0,6994

F_{Fe}^{3+} = bu ýerde 0,6994 – demir üçin analitiki köpeldijidir. Ol şeýle hasaplanylýar:

$$F_{\text{Fe}}^{3+} = 2Ar_{\text{Fe}}^{3+} / Mr_{\text{Fe}_2\text{O}_3}.$$

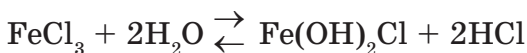
Demir göwrüm we az wagt sarp edilýän instrumental usullary bilen hem kesgitlenilýär, ýöne demriň amorf çökündisi görnüşinde çekim-grawimetr usulynda kesgitlenmegi işiň çökdürilip geçirilişiniň doly görünmeginiň şaýady bolýar. Demriň (III) duzundan praktiki taýdan eremeýän demir gidroksidi çökündisini almakda çökdüriji (ammoniy gidroksidi) ulanylýar:



Köýdürilende demir (III) gidroksidi, demir (III) oksidine – çekim forma(görnüs) öwrülýär we ony çekilýär.



Demir gidroksidi çökdürilende, edil kristal şekilli çökündileriň çökdürilişi ýaly gyzdyrylan erginlerden çökdürilýär. Demir gidroksidiniň – $\text{Fe}(\text{OH})_3$ amorf şekilli çökündisiniň ýeňillik bilen kolloid erginlerini berip bilýändigigi sebäpli täsirleşmäni koagulirleýji-elektrolit gatnaşmagynda geçirilýär. Şonuň ýaly-da demir duzlary gyzdyrylanda gidrolize sezewar bolýandygy göz önünde tutulmalydyr:



Şol sebäpli stakanyň diwaryna ýelmeşip süzmegi kynlaşdyrýan çökündiniň emele gelmeginden goramak üçin ergine kislota goşulýar. Diýmek, demriň (III) hlوريدini azot kislotasynyň 3-5 ml 2n ergini bilen tursadylýar we seresaplyk bilen gyzdyrylýar (gaýnama ýetirmeli däl). Gyzgyn ergine 10%-li ammoniý gidroksidiniň ergininden tä gowşak ammiagyň ysy çykýança bölekleyin guýýarlar. Soňra stakanyň içindäkini aýna taýajygy bilen bulaýarlar we keseki maddalaryň adsorbsiýasyny azaltmak üçin distillirlenen gyzgyn suwuň 100 ml-i bilen gowsadylýar we 4-5 minut garaşylýar. Soňra seresaplylykda 1-2 damja ammoniý gidroksidinden goşmak bilen ionyň doly çökendigi barlanylýar we ýüzüniň ugruna süzülýär. Süzgüç kagyzy aram galyňlykda ak lentaly bolmalydyr. Stakandaky çökündiniň ýüzüniň suwuklygy doly süzgüçden geçirilenden soň 2%-li kümüş nitratynyň ergini bilen süzündi suwda Cl^- ionyna otnositel ýok diýen netije alynýança dekantasiýa usulynda ýuwulýar.

Ýuwulan çökündini calykdyrmaly we cyg süzgüç kagyzy bilen farfor üçburçlukda gaz gorelkanyň pes ýalnynda

guradylyar we öňünden birnäçe gezek mufel peçde köýdürilip hemişelik agramy alynan tigele ýerleşdirilýär. Çykýan tüsse tamamlanandan soň içi çökündili tigel peje salynýar we hemişelik agramy alynýança 1000-1100-°C-de köýdürilýär. Uzak wagtlap we güýçli (1400-1500°C – de) köýdürilse, demriň (III) oksidi demriň (II, III) oksidine gaýtarylmagy mümkin:



Analiziň netijesinde şu ululyklar alnan diýsek:

Çökündili tigeliň agramy – massasy:

1-nji gezek çekilende – 16,3242g;

2-nji gezek çekilende – 16,3234g;

3-nji gezek çekilende – 16,3232g;

Çökündisiz tigeliň massasy: 16,1530g;

Çökündiniň agramy: 0,1702g.

1 mol Fe_2O_3 (159,68g)

2 mol(324,42g) FeCl_3

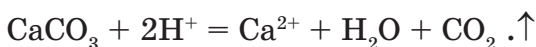
1 mol Fe_2O_3 (0,1702g)

Xg FeCl_3

$$X = \frac{324,42 \cdot 0,1702}{159,68} \cong 0,3457 \text{ g } \text{FeCl}_3.$$

Kalsiý karbonatyndaky kalsini kesgitlemek

Analiz edilýän CaCO_3 – suwda eremeýär. Analize başlamazdan öň çekilip alnan CaCO_3 -i kislotada eretmeli:



Ca^{2+} -ionyny mukdar taýdan kesgitlemekçi bolsak, onda ony oksalat görnüşinde çökdürmeli bolýar, $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ – (tursuja kislotasynyň duzy). Çökdürmeklik $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ bilen geçirilýär. Ol CaCO_3 bilen şeýle görnüşde geçýär:



$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -nyň, ownuk kristal görnüşde çökýänligi sebäpli, ol süzgüç kagyzyndan çalt geçýär. Şonuň üçin, gowy çökündi aljak bolsaň tursy gursawda çökdürmeli.

Aýdyňlaşdyrmak üçin deňlige seredeliň:



Ionlaşma hemiseligi aşakdaky ýaly bolýar:

$$K = \frac{[\text{H}^+][\text{HC}_2\text{O}_4^-]}{[\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4]} = 5,6 \cdot 10^{-2}$$

$$K = \frac{[\text{H}^+] \cdot [\text{HC}_2\text{O}_4^{2-}]}{[\text{HC}_2\text{O}_4^-]} = 5,6 \cdot 10^{-5}$$

$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ iony 2-nji basgançakdan görnüşi ýaly örän haýal geçýär. Bu taýda ergine kislota gosulanda $\text{C}_2\text{-O}_4^{2-}$ -ň anionlaryň köp bölegi $(\text{NH}_4)_2 \text{C}_2\text{O}_4$ -däki anionlar bilen birleşip, soň bolsa erkin $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ emele gelýär:



Eger ergin gaty tursadylsa, onda CaC_2O_4 -iň konsentrasıýasy örän pese düşýär we çökündi çökmez. Şol ergine az-azdan NH_4OH gossak, onda H^+ ionyň konsentrasıýasy peselýär hem-de $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ionynyň konsentrasıýasy köpeler. Şeýlelikde, çökündi çöküp başlaýar. Çökündi doly çökýär ($\text{pH} = 3,3$). Çökündi suwda gowy eränsoň, ony suw bilen ýuwmak bolmaýar. Onuň suwda ereýjiliginı peseltmek üçin suwa $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ -ýionyny guýmaly.

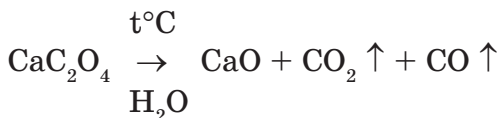
Işiň geçirilişi: göwrümi 300 ml bolan bulgura takyk çekilip alnan kalsiý karbonatynyň duzuny ýerleşdirýärler (0,1 g). Ýstüne 5-10 ml distillirlenen suw guýup, üstüni sagat aýnasy bilen ýapýarlar. Ondan soň, üstüne (1:1) HCl-y pipetka bilen guýýarlar we ýuwaslyk bilen çäýkaýarlar.

Haçanda ähli çökündi eränden soň, ony gowsadýar. Şondan soň erginiň, üstüni 100 ml distillirlenen suw bilen doldurýarlar we ýene 5 ml (1:1) gatnasykly HCl-nyň ýuwan erginini goşup, soňra 35 ml $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ erginini goşup, ony 70-80°C-ä çenli gyzdýrýarlar. Ýene-de ýaňky erginiň üstüne býuretkä bilen 5%-li NH_4OH erginini örän haýal guýýarys. Çökündi emele gelenden soň, ony (gök lentaly) süzgüç kagyzyndan süzýäris. Şondan soň çökündi 3 sapar ýuwyýarys. Ýuwmak üçin $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ -üň 0,5 n. erginini ulanýarys. Erginden Cl^- ionyň aýrylandygyny AgNO_3 ergini damdyryp barlanylýar, eger Cl^- bar bolsa ergin bulanýar. Şu zatlar edilenden soň çökündini süzgüç kagyzyňyň içinden çykarman guradyjy peçde guradýarlar. Guradylma dowam edýärkä, içi boş göweji taýýarlanylýar. Hemişelik agramy alnan boş göweje süzgüç kagyzyňyň içindäki çökündisi bilen bilelikde guradylan çökündini köýdürýäris. Köýdürüp bolansoň, eksikatora salyp, sowadýarys we ýene ýarym sagat köýdürýäris. Iş azyndan 3-4 gezek gaýtalanýar.

Hasaplanylýsý: çökdürilýän madda CaCl_2 .

$M = (\text{CaCO}_3) = 100$ Çökdüriji madda $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$
 $M = (\text{Ca}^{2+}) = 40$ Ýuwujy madda $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ -üň gowsak ergini.

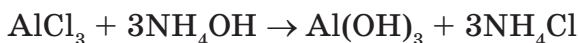
$$\% \text{Ca}^{2+} = \frac{a \cdot A \cdot 100}{m \cdot M} \quad \frac{\text{Çökdürilýän forma } \text{CaC}_2\text{O}_4}{\text{Çekilýän forma } \text{CaO}}$$



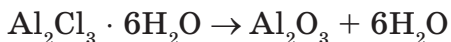
Bu ýerde a-çekim formanyň agramy, A-anyklanylýan ionyň atom agyrlýgy, 100-% -de aňlatmak üçin, m – nusgadan alnan massa (g), M – çekim formanyň mukdary.

Alýumininiň kesgitlenilişi

Alýumininiň suwly oksidini çökdürmek üçin, onuň düzüminde ammoniý duzuny saklaýan duzuň gyzdyrylan ergini peýdalanylýar. Tejribäni ergine, tä metil mämşiniň (indikatoryň) gyzyň reňki sary reňke öwrülýänçä ammiagyň gowsadylan ergininiň damjalaryny damdyrmak we ergini garyp durmak bilen geçirýärler. Çökdürilen formanyň alnyşyny aşakdaky deňleme bilen aňlatmak bolar:



Çökdürilýän forma ýäkylanda, alýumininiň suwsuz oksidi emele gelyär:



Bu ýerde $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – çökdürilýän forma, $\text{Al}(\text{OH})_3$, Al_2O_3 – çekilýän forma.

Gaplar we reaktiwler:

1. Göwrümi 250-300 ml-lik stakan,
2. Býuretkä;
3. Gyzyň ýa-da ak lentaly süzgüç kagyzy;
4. Aýnadan ýasalan guýguç;
5. Aýna taýajygy;
6. Damdyrgyç;
7. Metil mämşisi (indikator);
8. NH_4NO_3 – 4-6 g kristal görnüşinde;

9. NH_4NO_3 -ün 10% -li ergini;
10. AgNO_3 -ün 1% -li ergini;
11. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ -doýan ergin;
12. AlCl_3 -kristaly.

Kesgitlemäniň usulyýeti.

Analiz edilýän maddany göwrümi 250-300 ml bolan stakanda ýerleşdirýärler, onuň üstüne 100-150 ml distillirlenen suw, 4-5 g ammoniý nitratyny we indikatoryň (mitil mämişisiniň) 3 damjasyny goşýarlar. Soňra ergini 70-80 °C-ä çenli gyzdyrýarlar.

Çökdürmäni ammiagyň 10 % -li erginini býuretkadan gyzgyn ergine damdyrmak we aýna taýajygy arkaly garyp durmak bilen, tä metil mämişiniň gyzyl reňki sary reňke öwürülýänçä geçirýärler. Bu ýagdaýda erginden ammiagyň ysy gelmeli däldir. Içi çökündili stakany sagat aýnasy bilen ýapýarlar we ýyly suwly gapda 10 min saklaýarlar. Soňra çökündini bölýärler-dekantasiýa usuly boýunça süzgüç ka-gyzyndan süzýärler. Ýuwujy suwuklyk hökmünde ammo-niý nitratynyň 2% -li(metil mamışisi boýunça ammiak bilen neýtrallasdyrylan) gyzgyn ergini peýdalanýarlar. ýuwmak-lygy tä kümüş nitratynyň – AgNO_3 -ün hlor iony Cl^- bilen täsirleşmesi tamamlanýança dowam edýärler. Soňra çökün-dini guýgujyň özünde guradýarlar we göweje geçirýärler. Göweji mufel pejinde 900°C töweregi temperaturada sak-laýarlar, ýagny çökündini köýdürýärler. Netijede, çökdüri-len formamyz $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ çekilýän görnüşe Al_2O_3 geçýär. Çekilýän formanyň (görnüşiniň) örän suwy özüne çekijiligi sebäpli, terezide çekilen mahaly tigeli massasy belli bolan agzy gapakly býuksda ýerleşdirýärler.

Hasaplamak.

Çekim görnüşdäki alýumininiň mukdaryny gramda aň-ladýarlar

$$m_{\text{Al}} = a \cdot F = g$$

Bu ýerde a – çekim formanyň agramy, m – (Alnan nusganyň agramy) F-analitiki köpeldiji.

$$\% \text{ - göterimde } X_{\text{Al}} = \frac{a \cdot \text{Ar}(\text{Al}) \cdot 100}{m \cdot M(\text{Al}_2\text{O}_3)} = \%$$

m – analiz üçin alynan nusganyň agramy.

10. GÖWRÜM ANALIZINIŇ USULLARY

Titrimetriki (göwrüm) usul analizi barlaýan maddamyzyň täsirleşmesi üçin gerek bolan reaktiwiň göwrümünü ölçemäge esaslanandyr ýa-da başgaça aýdan-da maddalar özaralarynda özleriniň himiki ekwiwalentlerine laýyklykda birleşýärler.

Berlen täsirleşmäniň bir wodorod ionyna himiki taýdan deň bolan maddanyň mukdaryna himiki ekwiwalent diýilýär. Himiki ekwiwalent-gram hasabynda aňladylsa, onda oňa maddanyň gram-ekwiwalenti (g-ekw) diýip atlandyrylýar. Bir litr erginde bir gram-ekwiwalent maddanyň eremegine normal (N) erginler diýilýär.

Analitiki himiýada, esasan, normal erginler ulanylýarlar, sebäbi ýokarda belenilişi ýaly bir maddanyň bir gram-ekwiwalenti beýleki maddanyň bir gram-ekwiwalentine deň bahalydyr. Şoňa görä-de, ekwiwalent kanunyň esasynda titrimetriki usulyň hasaplamasyny geçirmek üçin şeýle gatnaşyk ulanylýar:

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

Bu ýerde N_1 we N_2 – täsirleşmä girýän erginleriň normallygy, V_1 we V_2 – erginleriň göwrümleri.

Täsirleşme üçin gatnaşýan erginleriň goýulygy olaryň göwrümüne ters proporsionaldyr. Eger-de bize täsirleşmede ulanylýan titrantyň ýa-da işçi erginleriň konsentrasiýasy we göwrümi belli bolsa onda biz näbelli erginiň konsentrasýasyny şeýle kesgitlep bileris:

$$N_1 = \frac{N_2 \cdot V_2}{V_1} .$$

Barlaýan maddamyzyň mukdaryny (titrimetriki mukdaryny) göwrüm analizi usulynyň kömegi bilen kesgitlemek üçin titrimetriki diýen usuldan peýdalanýarlar. Titrantyň ýa-da standart erginiň barlaýan erginimiziň üstüne ýuwaş-ýuwaşdan guýulmak hadysasyna titrllemek diýilýär.

1 titr diýip 1 sm³ (ml) erginde saklanýan maddanyň gram mukdaryna aýdylýar. Titr-T harpy bilen bellenip, onuň gapdalynda degişli maddanyň formulasy görkezilýär. Meselem, TH₂SO₄ = 0,004900 g/sm³ deň diýip hasaplanylssa, onda bu H₂SO₄ kislotaýyň her bir sm³ ergininde 0,004900g kislotaýyň saklanýandygyny görkezýär.

Titrllemek usulynyň hemme analizlerinde erginiň iki hili görnüşi (birinji we ikinji standart erginler) ulanylýar. Birinji standart erginleri çekilip alnan çekim mukdaryny (başky alnan madda) suwuň belli bir göwrümünde (ölçeg gaplarynda) eretmeli. Şunuň ýaly erginde normallygy, çekilip alynýan maddanyň mukdary hasaplanylýar. Meselem Na₂CO₃, Na₂B₄O₇ · 10H₂O, H₂C₂O₄ · 2H₂O, K₂Cr₂O₇ we ş.m. Şu ýagdaý üçin fiksantlary (öňden çekilip, hemme tarapy ýapyk gaba – probirka salynan madda) hem ulanmak bolar.

Birinji standart erginleri taýýarlamak üçin göz önünde tutulmaly talaplar:

1. Şu maddalary himiki taýdan arassa görnüşinde almaklyk:
2. Olaryň düzüminiň himiki formulasyna doly gabat gelmegi:
3. Alnan maddalaryň düzümi saklanýan wagtynda üýtgemeli däldirler (howadaky maddalary özüne siňdirmek häsiýetleri bolmaly däl) hem-de CO, H₂O, O₂ CO₂ maddalarynyň täsir etmeklerinden dargamaly däldirler we ş.m.
4. Ekwiwalentiň molýar massasy ýeterlikli doly bolmalydyr.

Ikinji standart erginleri taýýarlamak üçin alnan başky maddalar şu ýokardaky talaplara boýun egmeýär. Gerekli maddalardan ikinji standart ergin taýýarlamak üçin ilki uly gaplarda takmynan konsentrasiýaly ergini taýýarlaýarlar. Soňra onuň hakyky konsentrasiýasy birinji standart erginleri arkaly standartlaşdyrmak usuly bilen (titrlmek usuly boýunça) kesgitlenýär. Meselem: HCl , NaOH , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, KMnO_4 , J_2 we ş.m.

Duz kislotasyny standartlaşdyrmak üçin biriji standart erginler – natriý karbonaty we natriý tetraboraty ulanylýar.

Titrlmek usul öz ýerine ýetirilişiniň esasyňa görä üç sany topara bölünýär:

Dogry titrlmek usuly, tersine titrlmek usuly we orunbasaryny (titrlmegiň netijesinde emele gelen bir maddany titrlmek ýa-da çalyşmak usuly) titrlmek usuly.

Dogry titrlmek usulynda bir standart ergin ulanylýar. Meselem, kükürt kislotasynyň erginini titrlmek üçin standart ergin hökmünde NaOH ýa-da KOH -y almak bolar.

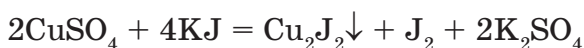
Tersine titrlmek usulyny geçirmek üçin iki standart ergin gerek bolýar. Ilki başda titrleýän erginimiziň üstüne köp mukdarda birinji standart erginini guýýarys. Ergindäki barlaýan ionymyz bilen birleşmän galan artykmaç birinji standart ergini, ikinji standart ergin bilen titrlenýär. Birinji standart ergininiň konsentrasiýasynyň hakyky belli bolşy ýaly pipetka ýa-da býuretkä bilen alnan erginiň göwrümi hem hakyky kesgitlenen bolmalydyr. Meselem, şu usul bilen duz kislotasynyň konsentrasiýasyny kesgitlejek bolsak, iki standart ergin ýagny 1-nji standart erginden başga-da ýene duz kislotasynyň standart ergini gerekdir. Ilki bilen konsentrasiýasyny kesgitlemek üçin alnan duz kislotasynyň ergininiň üstüne tä güýçli aşgar gursawyna çenli göwrümi takyk ölçenen NaOH standart erginini guýýarys. Duz kislotasy bilen täsirleşmä girmän artykmaç galan NaOH erginini neýtral gursawa çenli ikinji standart ergini bolan HCl bilen titrleýäris.

Hasaplamagy geçirmek üçin, ilki bilen artykmaç alnan NaOH kesgitlenilýär. Artykmaç NaOH tersine titrlemegini esasynda geçirilýär. Artykmaç tapylan NaOH-nyň mukdary, NaOH-nyň umumy mukdaryndan aýrylýar. Alnan tapawut barlanýan duz kislotasynyň konsentrasiýasyna dogry gelýär.

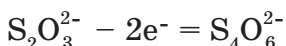
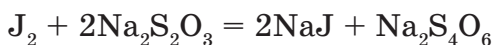
Tersine titrlemek usulynda täsirleşmäniň geçmegi üçin artykmaç reaktiw gerek bolsa, barlanýan, analiz edilýän maddalarymyz durnuksyz we uçujy bolsalar ulanylýar. Meselem, eger biziň barlaýan erginimiz uçujy madda bolsa (NH_4OH), onda birinji standart erginini artykmaç guýmak bilen ony uçujy däl görnüşe öwürýäris.

Orunbasaryny titrlemek ýa-da çalyşmak usuly. Bu usulda barlanylýan maddamyz gös-göni titrlenmän, täsirleşmäniň netijesinde emele gelýän maddamyz titrlenýär. Şol emele gelen maddanyň titrlenmegine görä bu usula orunbasary titrlemek ýa-da çalyşmak usuly diýip atlandyrylandyr.

Meselem, erginiň düzümindäki misi kesgitlemek gerek bolsun. Dogry takyk alnan mis ergininiň üstüne tursy gursawa çenli uksus kislotasyny guýýarys. Şunlukda, täsirleşme şeýle geçýär:



ergindäki hemme mis bir walentli mise çenli gaýtarylyp, Cu_2J_2 görnüşinde çökündi bolup çökýär. Erginde artykmaç KJ, J_2 (orunbasar) we K_2SO_4 bolýarlar. Bölünip çykýan ýoduň mukdary ergindäki misiň mukdaryna ekwiwalentlidir, ýagny deň bahalydyr. Bölünip çykýan ýod (orunbasar) natriý tiosulfatynyň standart ergini bilen titrlenýär. Titrlemekligiň ekwiwalent nokadyny tapmak üçin ergine indikator hökmünde krahmalnyň ergini goşulýar. Ergin gök reňk alýar. Titrlenmegi ergin gök reňkden, tä çala, sarymtyk reňke geçýänçä dowam edýärler.



Täsirleşmeden görnüşi ýaly 1mol CuSO_4 1 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ýa-da analiz edilýän mis iony bilen emele gelen I_2 -ädeň bahalydyr, ýagny ekwiwalentlidir. Bu bolsa analiz netijesi kesgitlenen wagtynda esas bolup hyzmat edýär.

Titrimetriki usul bulardan başga-da ulanylýan täsirleşmäniň görnüşine görä şu aşakdaky usullara bölünýär:

1. Kislota-esas ýa-da bitaraplaşdyrmak usuly.
2. Okislenme – gaýtarylma ýa-da oksidimetriýa usuly.
3. Çökündiniň emele gelmegi bilen geçýän titrlmek (çökdürmek – argentometriýa titrlmek usuly) usuly.
4. Kompleks birleşmäniň emele gelmegi boýunça geçýän titrlmek usuly (helatometriýa titrlmek usuly).

Titrlmek usulynda grawimetriki usuldaky ýaly artykmaç reaktiw guýulmaýar, ol täsirleşme boýunça hasaplanylany bilen dogry gelmelidir. Şonuň üçin titrlmek hadysasy geçirilende täsirleşmäniň gutaran wagty, başga-da aýdanda ekwiwalent nokadyny (e.n.) tapmaklygy başarmalydyr. Adatça e.n. indikatorlaryň reňkiniň üýtgemegi bilen kesgitleýärler, bularyň emele gelmegi aýrylmagy olaryň elektrik toguny geçiriji ýa-da haýsy hem bolsa erginleriň bir fiziki-himiki häsiýetleri boýunça kesgitleýärler.

Titrimetriki usulyň dürli görnüşlerinde dürli indikatorlar ulanylýar. Indikatorlaryň esasy toparyna kislota-esas (pH) indikatorlary, okislenme-gaýtarylma indikatorlary, kompleksometriýa indikatorlary, adsorbsion indikatorlary we başgalar girýärler.

Indikatorlar organiki we organik däl maddalar bolup, olar köplenç analiz edilýän ergine gaty az mukdarda goşulýar (içki indikatorlar). Kä wagtlarda erginden bir damja alyp indikator siňdirilen kagyzyň üstüne damdyrýarlar ýa-da barlanylýan maddanyň ergininiň bir damjasyny

indikatoryň ergininiň bir damjasy bilen süzgüç kagyzynyň ýa-da ak farfor plastinkasynyň üstünde garyşdyrýarlar we reňkiň üýtgeýsine görä e.n. tapýarlar (daşky indikatorlar).

Indikatorlar yzyna gaýdýan we gaýtmaýan bolmaklary mümkindir. Yzyna gaýdýan indikatorlara, köplenç, kislo-ta-esas usulynda ulanylýan pH indikatorlary girýär. Yzyna gaýtmaýan reaksiýalar diňe bir gezek nokadyň üýtgeýsini görkezýärler, sebäbi olar yzyna gaýtmaýan himiki üýtgemä sezewar bolýarlar meselem, bromatometriýa usulynda ulanylýan izobirleşmeler.

Käwagtlarda titrlemek hadysasynda indikator bolup täsirleşmä gatnaşýan bir maddanyň özi indikator bolup hyzmat edýär. Meselem, permanganatometriýa usulynda standart ergin bolan KMnO_4 özi şolar ýaly indikatordyr.

Görsümiz ýaly özüniň çaltlygy boýunça titrimetriki usul grawimetriki usul bilen deňeşdirilende analizleri geçirmek üçin uly artykmaçlygy bardyr. Titrimetriki analizi bir näçe minudyň içinde geçirmek bolýar. Şol bir analizi grawimetriki usul bilen geçirjek bolsaň, bir näçe sagat, wagt gerek ýa-da analiz ertesi gün gutarýar. Şunuň ýaly gij geçirilen analiziň netijesi gowy bolsa-da, ol tejribeligiň talaplaryny ödäp bilmeýär. Şonuň üçin himiki barlaglarda, senagat-da, tilsimat işlerinde (domna ýa-da marten peçlerinde) öz wagtynda alnan netije gerek, sebäbi işiň gidisini wagtynda düzedip işde kemçilikler goýbermez ýaly. Wagtynda alnan analizleriň netijesi ýokary hilli önümleri almaga ýardam edýär.

Titrimetriki usulda aýratyn çekim analizi, titrlemek usullary ulanylýarlar.

Aýratyn çekim titrlemegi şu aşakdaky ýaly geçirilýär. Çekilip alnan madda suwda ýa-da başga eredijide eredilýär. Alnan erginiň hemmesi bir gezekde titrlenýär.

Pipetkalamak usuly boýunça titrleseň şeýle geçirilýär. Analiz edilýän madda ölçeg kolbasynda eredilýär we kolbanyň belligine çenli suw ýa-da başga erediji bilen doldurylýar. Kolbadaky taýýarlanylýan erginden analiz geçirmek üçin pipetka bilen bir göwrüm alnyp titrlenýär.

Nusganyň titrleme analizi- täsirleşmä girýän standart ýa-da işçi erginleriň goýulygy näbelli ergin bilen täsirleşmä girende ekwiwalent nokadyny kesgitlemäge esaslanýan gözleg usulydyr.

Titirlenen ýa-da işçi (etanol, standart) ergin diýip goýulygy belli bolan ergine aýdylýar.

Titrleme usulynda, esasan, maddalaryň normal we titr erginleri ulanylýar we degişlilikde, erginleriň goýulyklary g. ekw/l we g/ml birliklerde aňladylýar.

Täsirleşmäniň görnüşine görä titrleme analizi aşakdakylara bölünýär.

1. Kislota-aşgar titrleme usuly;
2. Okislenme-gaýtarma titrleme usuly (oksidimetriýa);
3. Çökdürme titrleme usuly (argentometriýa);
4. Kompleks emele getirme titrleme usuly (kompleksometriýa).

Bu usullaryň hemmesinde iki dürli ergin ulanylýar:

1. Birinji standart (işçi) erginler. Olar maddanyň belli bir gramynyň eredijiniň belli bir göwrümünde eretmek bilen taýýarlanylýar. Erginler ölçegi belli bolan gaplarda (kolbalarda) taýýarlanylmalýdyr. Erginleriň normallygy çekim usuly arkaly hasaplanylýar.

2. Ikinji standart erginler

Ikinji standart erginler göwrümi 500-1000 ml bolan gaplarda (kolbalarda) taýýarlanylýar. Olaryň normallygy ilki bilen takmynan taýýarlanylýar. Olaryň takyk normallygy birinji standart erginleriniň kömegi arkaly titrlemek bilen kesgitlenilýär.

Titrleme hadysasynyň mazmuny konsentrasiýasy (N_0) näbelli erginiň göwrüm mukdaryny (V_0) konsentrasiýasy (N) we göwrüm mukdary (V) belli bolan ergini ulanyp, ekwiwalent nokadynyň ýüze çykan wagtynda erginiň göwrümini (V_0)-y hasaplamakdan we onuň konsentrasiýasyny (N_0) kesgitlemekden ybaratdyr.

Ýagny:

$$N_0 \cdot V_0 = N_{\text{nus}} \cdot V_{\text{nus}}.$$

Onda: işçi – standart erginiň normallygynyň N_0 onuň göwrümine V_0 köpeltmek hasyly, nusga (kesgitlenilýän) erginiň normallygynyň N_{nus} onuň göwrümine V_{nus} köpeltmek hasylyna göni proporsionaldyr ýa-da deňdir.

Ekwiwalent nokady dürli gursawda. Titrleme usulynda reňkini üýtgedýän erginler indikatorlar ulanylýar. Ýöne reňkini üýtgedýän hemme erginler indikator bolup bilýän däldirler, sebäbi indikator bolup bilmek üçin erginiň reňki doýgun bolmaly we pH-yň çala üýtgemegi bilen tiz we açaçan tapawutlanýan reňke geçmekligi başarmalydyr. Analiz laboratorýalarynda, köplenç, lakmus, metil mämişi, metil gyzyly we fenolftalein ýaly indikatorlar ulanylýar. Indikatorlaryň pH-yň dürli bahalarynda dürli reňklere geçýändigini 1894-nji ýylda Ostwald tarapyndan hödürlenen (tapylyan) «indikatorlaryň ion nazaryýeti» esasynda düşündirildi. Ýüze çykarýan reňkleriniň görnüşine görä: bir reňkli, iki reňkli we köp reňkli indikatorlaryň bolmagy mümkindir:

1. Bir reňkli indikatorlara – fenolftalein degişli.

2. Iki reňkli indikatorlara – lakmus, metil mämişi we metil gyzyly degişlidir.

Indikatorlaryň reňkleriniň üýtgeýänligi olaryň düzüminde hromofor reňkleýjileriň gidroksil toparynyň – OH, -amino toparyň – NH₂, efir toparynyň – O-CH₃ we başgalaryň barlygy bilen baglanyşyklydyr.

Berlen ergin üçin $\text{pH} = -\lg[\text{H}^+]$ diýildiği, munuň özi berlen ergindäki H^+ we OH^- ionlaryň konsentrasiýasyna baglylykda pH üýtgeýär we indikatorlar erginiň reňkini üýtgedýär diýiligidir. Metil mämişi aşgar gursawynda $\text{pH} > 7$ sary reňkde bolup, tursy gursawda $\text{pH} < 7$ bolanda gülgüne reňke geçýär, ýagny $\text{pH} = 3,1$. Eger tersine emele gelen tursy erginiň üstüne aşgary guýup, $\text{pH} = 4,4$. ýetende ergin ýene-de sary reňki alar.

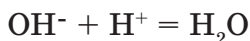
Indikatorlaryň geçiş aralyklary:

1. Metil mämişi pH=4,0.
2. Metil gyzyly pH=5,5.
3. Lakmus pH=7,0.
4. Fenolftalein pH=9,0.

Titirleme usulynda erginleriň göwrümi pipetkalaryň, býuretkalaryň we ölçegleri belli bolan kolbalaryň kömegi bilen ölçenilýär. Gaplaryň içiniň arassalygy ulanylmazdan öň barlanylmalydyr. Gaplary ýuwmak üçin ýuwujy serişde hökmünde:turbalardan akýan suwlar, sabyn erginleri, hrom erginleri we tursy natriý gidrokarbonatynyň erginleri peýdalanylýar. Gaplar (işe başlamazdan öň) ilki distillirlenen suw bilen, soňra ulanylýan ergin bilen çaykalmalydyr. Titrlemek hadysasy azyndan 3 gezek gaýtalanmalydyr.

10.1. Kislota – aşgar derňewi

Bu usuly aşakdaky deňlemeler arkaly ýazyp beýan etmek bolar:



Kislota – esas titrlemede ekwiwalent nokady indikatornyň gatnaşmagy bilen kesgitlenilýär. Bu usul kislotalaryň, esaslaryň we suw erginlerinde görkezilýän duzlaryň konsentrasiýasyny kesgitlemäge mümkinçilik berýär.

Ölçegleri belli bolan gaplaryň göwrümini takykklamak

Titirleme usulynda gaplaryň göwrümini takykklamak üçin distillirlenen suw ulanylýar. Şonuň üçin gaplar çekilende suwuň dykzlygynyň temperatura, howanyň täsirine baglydygyny ýatda saklamaly we goşmaça düzediş girizmelidir.

Gaplaryň göwrümi takykklananda girizilýän goşmaça düzedişler.

Temperatura °C	Jemi düzediş	1000 ml suwuň düzediş jemi bilen bilelikdäki massa mukdary
17	2.35	997.65
18	2.49	997.51
19	2.66	997.34
20	2.82	997.18
21	3.00	997.00
22	3.20	996.80
23	3.39	996.61

Işň ýerine ýetirilişi.

Pipetkanyň göwrümini barlamak.

Temperaturasy belli bolan arassa suwy pipetkanyň O nokadyna (belligine) çenli sorup almaly, ony ýuwulup guradylan gapagy bilen bile analitiki terezide çekilip, agramy belli bolan býuksda çekmeli. Içi suwly býuksy takyklygy 0,001 gramdan res bolmadyk analitiki terezide çekmeli. Pipetkada goýberilen ýalňyslyk aşadaky formula boýunça hasaplanylýar:

$$d_{or} = 0,5 / \sqrt{v}$$

bu ýerde d_{or} – pipetkanyň göwrümindäki ýalňyslyk, ml
V – pipetkanyň göwrümi.

Mysal üçin goý, pipetkanyň göwrümi 25 ml bolsun, onda:

$d_{or} = 0,5 / \sqrt{25} = 0,1$ ml. Eger göwrümi 25 ml bolan pipetkanyň ýalňyslygy 0,1 ml-den uly bolsa, onda ol pipetkany ulanmak bolmaýar.

Kolbanyň göwrümini takykklamak: göwrümi 50 ml bolan kolbany ýuwup guradýarlar. Soňra onuň üçin temperaturasy belli bolan distillirlenen suw bilen belligine çenli dolduryp, agzyny dyky bilen ýapýarlar we analitiki terezi-

de ölçeyärler. Bolmaly san bilen ölçenip alnan sanyň ara tapawudy 0,055 gramdan uly bolmaly däldir. Mysal üçin goý, içi boş gapakly kolbanyň agramy 35,24 g. Içi suwly gapakly kolbanyň agramy 285,32 g bolsun, onda kolbanyň içindäki suwuň agramy 250,08 g-a deň bolar.

Onda formula boýunça:

$$V_{or} = m/d_{22} = 250,08/0,99669 = 250.60 \text{ (ml)}.$$

Bu ýerde d-suwuň 22°C-däki dykzlygy, ýagny 0,99669 g/ml.

$$\text{Diýmek, } \Delta V = V_{or} - V_w = 250,60 - 250,00 = 0,6 \text{ (ml)}.$$

3. Kolbanyň bellik (ölçeg ülsüniň) edilişi:

Kolbanyň agramyny tehniki terezide takyk edip çekmeli. Soňra 250°C-däki agramyny hasaplamaly.

$$\text{Ýagny } M(H_2O) = V \cdot d = 250 \cdot 0,99669 = 249,7$$

$$\text{Kolbanyň agramy} + M(H_2O), \text{ ýagny } m = 35,24 + 249,7 = 284,94 \text{ (g)}$$

Eger tereziniň iki eginleri deň bolmasa onda damjalap suwdan kolba damdyrylýar.

Pipetkanyň göwrümi hem kolbanyň hasaplanylýsý ýaly hasaplanylýar.

Natriý tetraboratynyň (buranyň) ergininiň taýýarlanylşy

Ilki bilen 250 ml 0,1 N ergini taýýarlamak üçin gerek bolan natriý tetraboratynyň $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ mukdaryny hasaplaýarlar.

$$F_{bura} = 381,4/2 = 190,7 \text{ g.ekw/l}$$

$$\begin{aligned} \text{II. } M(Na_2B_4O_7) &= E(Na_2B_4O_7) \cdot V_{ml} \cdot N_E / 1000 = \\ &= 190.7 \cdot 250.0,1 / 1000 = 4,7675 \end{aligned}$$

ýa-da

III. 1 litr 0,1N ergini üçin : $190,7:10 = 19,07$ emma
 250 ml 0,1 N ergini üçin $19,07:4 = 4,7675$ g natriý tetraboraty gerek.

Enjamlar we reaktiwler:

1. Analitiki we tehnik tereziler, ölçeg kolbasy 250 ml, aýnadan ýasalan guýguç, býuks, bura-4,5 g, distillirlenen suw.

Işin ýerine ýetirilişi

Natriý tetraboratynyň 4-5 gramyny býuksy ýa-da sagat aýnasyny ulanyp tehnik terezide çekýärler. Soňra onuň, takmynan, çekilen mukdaryny analitiki tereziniň kömegi bilen takyklaýarlar, ýagny ýokarda hasaplanan mukdaryny çekip alýarlar. Soňra onuň çekilen mukdary gury guýgujyň kömegi bilen arassa 250 ml ölçeg kolba geçirýärler. Boşadylan býuksy ýene-de analitiki terezide çekip içi buraly we içi boşadylan býuksyň massalarynyň tapawudy boýunça ölçeg kolbasyndaky natriý tetraboratynyň mukdaryny takyk kesgitleýärler. Gyzgyn suw bilen guýgujyň diwarlaryny buranyň bölejiklerinden ýuwyýarlar. Soňra kolbanyň göwrüminiň $2/3$ bölegine çenli gyzgyn suw guýýarlar. Guýgujy kolbanyň içindäki ergine aýlaw hereketini bermek bilen burany doly eredýärler. Ondan soňra ergini sowadýarlar we kolbanyň belligine çenli distillirlenen suw guýýarlar. Şeýlelikde, taýýarlanan 250 ml ergindäki buranyň titrini we normallygyny hasaplaýarlar. Çekilip alnan buranyň agramy 4,7675 g-a deň bolsa, onda onuň titrini hasaplamak üçin çekilen nusganyň agramyny kolbanyň göwrümine bölýärler:

$$T_{\text{bura}} = m(\text{nusga}) / V(\text{ergin}) = 4,7675 / 250,0 = 0,01907 \text{ g/ml.}$$

Normallygy kesgitlemek üçin onuň titrini 1000-e köpeldip onun ekwiwalent massasyna bölýärler:

$$N_{\text{bura}} = T_{\text{bura}} \cdot 1000 / E_{\text{bura}} = 0,01907 \cdot 1000 / 19,07 = 0,1 \text{ g. ekw/l.}$$

Natriý karbonatynyň ergininiň taýýarlanylysy

Suwsuz natriý karbonaty hem bura ýaly laboratoriya-synda kislotalaryň titrini takykklamak maksady bilen giňden ulanylýar. Ony, esasan, arassa görnüşindäki natriniň gid-rokarbonatyny ýa-da gaýtadan kristallasdyrylan natriniň oksalatyny 270-300°C temperaturada ýakmak (köýdürmek) bilen alýarlar. Ýagny:



Adatça, Na_2CO_3 düzüminde az mukdarda cyglylyk sak-laýar. Şonuň üçin ony ulanmazdan öň elektrik peçlerinde 270-300°C temperatura araçäklerinde köýdürýärler.

Soňra arassa suwsuz natriniň karbonatynyň 500 ml 0,1 N erginini taýýarlamak üçin aşakdaky hasaplamalara esaslanýarlar.

Ilki bilen natriý karbonatynyň ekwiwalent massasy ta-pylýar:

$$E \text{ Na}_2\text{CO}_3 = 106/2 = 53 \text{ g-ekw/l} \quad 53 \cdot 0,1 = 5,3 \text{ g-ekw/l}$$

500 ml ergin üçin:

1000 ml-----5,3

500 ml-----x

$$x = 500 \cdot 5,3/1000 = 2,65 \text{ g}.$$

Enjamlar we reaktiwler: 1. Analitiki terezi, 2. Býuks, 3. 500 ml-lik ölçeg kolbasy, 4. Çüýşeden ýasalan guýguç, 5. Natriniň karbonaty, 6. Distillirlenen. Suw.

Işin ýerine ýetirilişi: 1. Natriý karbonatynyň hasaplanan mukdaryny (2,65 g) analitiki terezide býuksy ýa-da sagat aý-nasyny ulanyp çekýärler. Soňra ony gury guýguyjyň kömegi bilen 500 millilitrlik kolba geçirýärler. Boşan býuksy ýene-de analiti-ki terezide çekip, içi maddaly we içi boş býuksyň massalarynyň

tapawudy boýunça ölçeg kolbasyndaky natriý karbonatynyň massasyny takyklaýarlar. Gyzgyn suw bilen guýguyň diwarlaryndaky natriý karbonatyndan ýuwup arassalaýarlar. Soňra kolbanyň göwrüminiň 2/3 bölegine çenli gyzgyn suw guýýarlar. Guýguy kolbadan aýryp, kolbanyň içindäki ergine aýlaw hereketi bermek bilen maddany doly eredýärler. Ondan soňra ergini sowadýarlar we kolbanyň belligine çenli distillirlenen suw guýýarlar. Soňra taýýarlanan 500 ml ergindäki natriý karbonatynyň titrini we normallygyny hasaplaýarlar.

I. Titri hasaplamak üçin çekilip alnan nusganyň agramyny kolbanyň (içindäki erginiň) göwrümüne bölýärler:

$$T_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = m(\text{nusga}) / V(\text{ergin}) = 2,65 / 250 = 0,0106 \text{ g/ml}$$

II. Normallygy hasaplamak üçin onuň titrini 1000-e köpeldip, onuň ekwiwalent massasyna bölýärler.

$$2 \text{ N} \cdot (\text{Na}_2\text{CO}_3) = T(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot 1000 / E(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,0106 \cdot 1000 / 53 = 0,2 \text{ g-ekw/l.}$$

Kislota esas titrleme usuly

Kislotalaryň we asgarlaryň titrlenen erginlerini taýýarlamak.

a) konsentirlenen duz kislotasýndan ($d=1,19$) 0,1 N HCl erginini taýýarlamak.

0,1 N duz kislotasynyň erginini taýýarlamak üçin adaty konsentirlenen kislota ulanylýar. Dykzlygy $1,19 \text{ g/sm}^3$ duz kislota «tüsseleýär» ýa-da ergin taýýarlamak üçin az konsentrasiýaly, meselem 20%-li ergini almak amatly bolar. Dykzlygy areometr bilen kesgitlenýär, soňra duz kislotasynyň % konsentrasiýasyny bilýärler we 500 ml 0,1 N ergin taýýarlamak üçin bu kislotadan näçe almalydygyny hasaplaýarlar. HCl ergini taýýarlamak üçin $36,46 : 10 = 3,646 \text{ g HCl}$ almaly 0,5 l üçin ýarysyny $3,646 : 2 = 1,823 \text{ g}$.

Hasaplamadan soň, şu gatnasygy düzýärler:

100g ergin -----38 g HCl saklaýar

x g -----1,823 g HCl

$$x = 100 \cdot 1,823/38 = 4,8 \text{ g}$$

$$4,8:1,19 = 4,0 \text{ ml.}$$

Soňra 4 ml kislotany ölçeýärler, 500 ml ölçeğ kolba geçirýärler, soňra bellige çenli distillirlenen suw guýýarlar kolbany, dyky bilen ýapýarlar hem-de onuň normallygyny nat riý tetraboraty ýa-da natriý karbonaty bilen kesgitleýärler.

b) Natriý tetraboratynyň 0,1 N erginini taýýarlamak.

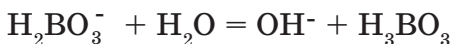
Duz kislotasynyň titr erginini taýýarlamak üçin natriý tetraboratynyň kristallogidraty alynýar. Bu duz başlangyç maddalara edilýän talaplary kanagatlandyrmaly, ýöne ol sowuk suwda otnositel haýal ereýär (2:100). Duz (kükürt) kislotalary bilen titrlenende gaýtadan kristallasdyrylan önümi peýdalanylýar.

Natriý tetraboratynyň gaýtadan kristallasdyrylysyny şu usul bilen geçirmek maslahat berilýär. 50-60°C-da duzuň doýgun erginini taýýarlaýarlar, gyzdyryp guýguçdan süzýärler. Süzülen ergini 30°C-ä çenli sowadýarlar. Soňra buzly suwda ýerleşdirýärler we 20-30 min dowamynda aýna taýajyk bilen garýarlar. Alnan ownuk kristallar Býuhneriň guýgujynda sorulýar. Buz ýaly sowuk distillirlenen suw (2-4°C) bilen ýuwyýarlar we otag temperaturasynda guradýarlar.

Natriý tetraboraty duz kislotasy bilen özara täsirleşmesi şeýle geçýär. Ony aşakdaky shema boýunça aňlatmak bolar:

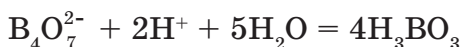


H_2BO_3^- iony erginde gidrolize sezewar bolýar:



OH^- ionlary kislotalar bilen titrlenýär we gidroliz ahyryna çenli geçýär.

Titrlmegiň jemi aşakdaky deňleme boýunça aňladylýar:



$$E \cdot \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} = M/2 = 38,137/2 = 190,63$$

$$m \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 = E \cdot C_N \cdot V/1000 = E \cdot N \cdot V/1000 = 190,63 \cdot 0,1 \times \\ \times 250/1000 = 4,77\text{g}.$$

Býuksyň massasy $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ bilen bilelikde 25,03642g

Býuksyň massasy $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ maddasyz – 20,5932g.

1) boş.

2) duzly

3) duzuny aýryp ýene-de boşuny çekýärler, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$ (ýagny) eretmek üçin 250 ml kolbanyň ýarysyna çenli ýa-da $1/2$ göwrümi distillirlenen suw goşýarlar, ýagny natriý tetraboratynyň eremegi üçin goşýarlar, suwly gapda gyzdyrylýar, duz doly ereýänçä garýarlar we otag temperaturasyna çenli sowadýarlar. Soňra distillirlenen suw bilen az-azdan guýup belgisine çenli damjalap doldurýarlar. Erginiň titri we normallygy hasaplananda şu formulalar peýdalanylýar:

$$T (\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = m/V = 4,7710/250 = 0,01908 \text{ (g/ml)}$$

$$N_{\text{duz}} = T \cdot 1000/E = 0,01908 \cdot 1000/190,63 = 0,1004 \text{ (g-ekw/1)}.$$

ç) natriý tetraboraty boýunça pipetkalama usuly arkaly duz kislotasynyň ergininiň titrini kesgitlemek.

25 ml arassa pipetkany alýarlar, ony natriý tetraboratynyň (ölceg kolbadan) ergini bilen çaykaýarlar. Pipetkany bellige çenli ergin bilen doldurýarlar we titrlmek üçin 250 ml kolba geçirýärler, 2-3 damja metil mämişi indikatoryny goşýarlar. Býuretkany titrlemeden öň 2 gezek duz kislotasynyň azyrak mukdary bilen ýuwürýarlar we býuretkanyň aşaky ujunda howanyň ýokdygyna we onuň

dolulygyna göz ýetirmeli, titrlemegi mämişi reňk peýda bolýança dowam etmeli.

Titrlemegi 3-4 gezek geçirmeli we alnan netijeden has gabat gelyänini almaly, ortaça ululygy hasaplamaly.

Meselem:

1-nji titrlemä – 24,92 ml HCl harçlanan

2-nji titrlemä – 24,76 ml HCl harçlanan

3-nji titrlemä – 24,80 ml HCl harçlanan

4-nji titrlemä – 24,78 ml HCl harçlanan

$$V_{\text{ort}} = 24,76 + 24,80 + 24,78/3 = 24,78 \text{ ml.}$$

Titrlemeden soňra duz kislotasynyň normallygy hasaplanylýar:

$$N_{\text{duz}} \cdot V_{\text{duz}} = N_{\text{kis}} \cdot V_{\text{kis}}$$

$$N_{\text{kis}} = N_{\text{duz}} \cdot V_{\text{duz}}/V_{\text{kis}} = 0,1013 \text{ (g-ekw/l)}$$

Natriý gidroksidiniň erginini taýýarlamak we goýulygy takyk hasaplanan HCl bilen NaOH-nyň konsentrasiýasyny titrleme usuly arkaly takykklamaly, ýagny hasaplamaly (N,T,m)

Indikator.

Krezol gyzył

1) ergin mele sary pH = 7.2 - 8.8

tetraborat + ind = melewşe + HCl

titrlendi = sary

2) ergin gyzył tetraborat + ind = sary + HCl

titrlendi = melewşe.

Neytrallaşma usulynda işçi ergin hökmünde NaOH ýa-da KOH we olaryň 0,1 N ergini ulanylýar. Eger erginiň konsentrasiýasy 0,1 N-dan ýokary bolsa, erginleri diňe

býuretkalaryň kömegi bilen almaga rugsat berilýär.

Işçi ergini taýýarlamak: w.a. gaty aşgarlar alynýär. Gram hasabyny ýokarda duz kislotasynyň hasaplanysy ýaly hasaplanylýar.

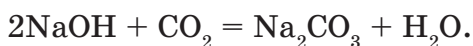
$$\text{ENaOH} = 40,00:1=40,00$$

NaOH ýa-da KOH tehnik terezide çekip alynýar. Ol hasaplanylanyndan 50% köp bolmaly. Çekilip alnan mukdary stakana salyp, derrew 1-2 gezek distillirlenen suw bilen çaykap (suwa çekip) suwy çalt dökýärler. Stakanda galan bölekleri suwuň azajyk mukdarynda eredip, guýguyň kömegi bilen ergini saklajak gabyňyza geçirmeli we doly gerek göwrüme çenli gaýnadylyp sowadylan distillirlenen suw bilen doldurmaly.

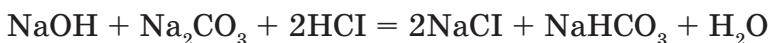
Titrlleme usuly bize belli sebäbi önünde HCl-nyň erginini natriý tetraboratynyň ergini bilen titrledik. Şol usul boýunça natriý gidroksidiniň erginini duz kislotasy bilen titrläň.

Barlag işi: NaOH we Na_2CO_3 -üň bilelikdäki görnüşde kesgitleniş

NaOH we KOH erginleri howadan CO_2 -ni siňdirip karbonatlara öwrülýärler.



Şonuň üçin gaty halda-da şol reagentiň erginleri-de karbonatlaryň garyndysy bilen hapalanan ýagdaýdadyr. Tejribehana amalyýetinde natriý karbonatynyň kesgitleniş köplenc NaOH-yň gatnaşmagynda geçirilýär. Bu işi geçirmek üçin iki usul ulanylýar: 1. fraksiýa ýa-da Uorderiň usuly (iki sany ekwiwalent nokatlary titrlleme ergisinde bellemek), 2. NaOH titrlemeden ön NaOH bilen Na_2CO_3 -i Ba^{2+} kationy bilen çökdürmek (Winkleriň usuly). Birinji usul boýunça aşakdaky görnüşi alýarlar:





Birinji faza fenolftalein indikatorynyň reňkini üýtgedişi $\text{pH}=8,31$ çäginde tamamlanýar, gutarýar, ikinjisi bolsa metil mämişi indikatoryň reňkini üýtgediş $\text{pH}=3,85$ çäginde tamamlanýar. Diýmek, birinji ýarymynda NaOH -yň ählisi we Na_2CO_3 -üň bolsa ýarsyny, ikinji ýarymynda bolsa beýleki ýarysyny titrleýarlar.

Analiziň geçirilişi:

Analiz edilýän garyndynyň 1,0562 gr mukdaryny 250 ml ölçeg kolbasynda ýerleşdirýärler, kolbanyň halkasyna – bellige çenli distillirlenen suw guýýarlar, onuň üstüne 0,1% -li 8-10 damja fenolftalein indikatoryny goşup, gyzyň reňk reňksizlenýänçä duz kislotasy bilen titrleýärler. Ulanylýan duz kislotasynyň göwrümini býuretkada ýazyp alýarlar. Soňra bir ergine 2-3 damja metil mämişini goşup sary reňkli ergin alýarlar. Ony hem mämişi reňk emele gelyänçä şol bir býuretkadaky duz kislotasy bilen titrleýärler. Titrlemäni 3-4 gezek gaýtalaý, edil öňki ýaly iň amatly sanlaryň ortaça bahalary alynýar.

Hasaplama:

a) fenolftalein bilen titrleme:

1-nji titrleme	-----23,28 ml HCl
2-nji	-----23,22 ----
3	-----23,20 ----
4	-----23,21ml HCl

$$V_{\text{or}} = (23,22 + 23,20 + 23,21)/3 = 23,21 \text{ ml HCl}$$

b) metil mämişi bilen titrleme

1-nji titrleme	-----24,98ml
2-nji	-----24,82
3	-----24,80
4	-----24,78

$$V_{\text{or}} = (24,82 + 24,80 + 24,78)/3 = 24,80 \text{ ml HCl harçlandy.}$$

Diýmek, NaOH we Na_2CO_3 -üň ýarysynyň titrlenmegi üçin 23,21 ml HCl harçlanypdyr NaOH we Na_2CO_3 üçin bolsa, jemi 24,8 ml gerek bolupdyr.

Na_2CO_3 -üň ýarysy üçin----- $(24,80-23,21)1,59$ ml

Na_2CO_3 - üň hemmesi üçin ----- $(1,59 \cdot 2) 3,18$ ml (V)

NaOH -yň titrlenmegi üçin ----- $24,80-3,18=21,62$ ml

HCl (V') harçlanan.

Şondan soň hasaplamany iki görnüşde geçirip bolýar: gözlenýän maddanyň titri ýa-da normallygy boýunça hasaplanylýar. NaOH-yň we HCl-iň baglylykdaky titri

$$T_{\text{HCl/NaOH}} = N_{\text{HCl}} \cdot E_{\text{NaOH}}/1000$$

$$m_{\text{NaOH}} = T_{\text{HCl/NaOH}} \cdot V'_{\text{HCl}} \quad 250/25, \text{ bu ýerde } V' = 21,62 \text{ ml}$$

$$T_{\text{HCl}_2/\text{Na}_2\text{CO}_3} = N_{\text{HCl}} \cdot E_{\text{Na}_2\text{CO}_3}/1000.$$

Göwrümi belli kolbadaky natriý gidroksidini kesgitleýäris:

$$1. T_{\text{HCl/NaOH}} = \frac{N \cdot (\text{HCl})_{\text{NaOH}}}{1000} = \frac{0,1013 \cdot 40,00}{1000} =$$

$$= 0,004052(\text{g/mol})$$

$$2. m_{\text{NaOH}} = T_{\text{HCl/NaOH}} \quad V'_{\text{HCl}} V' = 21,62 \text{ ml.}$$

$$3. T_{\text{HCl/Na}_2\text{OH}_3} = \frac{N \cdot (\text{HCl})_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{1000}$$

Hasaplamany normallygyň üsti bilen başgaça geçirmek bolýar:

$$N \cdot (\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) = N \cdot (\text{NaOH}) \cdot V_{\text{NaOH}}; \quad \text{I}$$

$$N \cdot (\text{NaOH}) = \frac{N \cdot \text{HCl} \cdot V_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}} \quad \text{II}$$

$$T_{\text{NaOH}} = \frac{N(\text{NaOH}) \cdot V_{\text{NaOH}}}{1000}; \quad \text{III}$$

$$4. \quad m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = T_{\text{HCl}/\text{Na}_2\text{OH}_3} \cdot V_{\text{HCl}} = \frac{250}{25}, \quad \text{bu ýerde } V'' = 3,18 \text{ ml}$$

formulalara bahalary goýup alýarys:

$$m_{\text{NaOH}} = \frac{0,1022 \cdot 40,00 \cdot 21,62 \cdot 250}{25 \cdot 1000} = 0,8839\text{g};$$

$$m_{\text{NaOH}} = \frac{0,1022 \cdot 53,00 \cdot 3,18 \cdot 250}{25 \cdot 1000} = 0,1723\text{g};$$

$$\text{II. } N \cdot (\text{NaOH}) = \frac{N \cdot \text{NCl} \cdot V_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}};$$

$$N \cdot (\text{NaOH}) = \frac{0,1022 \cdot 21,62}{25,00} = 0,08838(\text{g-ekw/l}),$$

250 ml erginde saklanylýan natriý gidroksidiniň gram mukdaryny hasaplaýarys:

$$m = \frac{0,08838 \cdot 40,00 \cdot 250}{1000} = 0,8839\text{g}.$$

Natriý karbonatynyň normallygy we mukdaryny hem ýokarda görkezilişi ýaly hasaplaýarlar.

$$N \cdot (\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{0,1022 \cdot 3,18}{25,00} = 0,01299(\text{g} - \text{ekw/l});$$

$$m = \frac{0,01299 \cdot 53,00 \cdot 250}{1000} = 0,1721\text{g};$$

Göterimde aňladyp alarys:

$$\begin{array}{rcl} 1,0562 & \text{———} & 100\% \\ 0,08838 & \text{———} & X\% \end{array}$$

$$X = \frac{0,8838 \cdot 100}{1,0562} = 83,66\%;$$

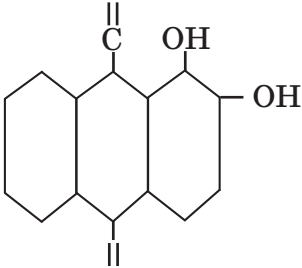
$$\text{NaOH} = 83,66 \% \text{ iň}$$

$$X = \frac{0,1721 \cdot 100}{1,0562} = 16,34\%.$$

Uorderiň usulyny diňe natri karbona mukdary az bolan ýagdaýynda ulanmak mümkindir. Natri karbona natriý bilen natri gidroksidiniň gatnasygy 1:3 – den uly bolup bilmez.

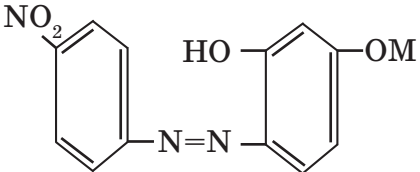
Ionlary açmak üçin ýörite reaktiwler

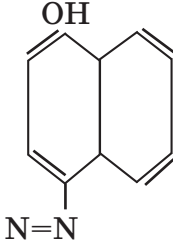
Atlandyrylysy	Taýýarlanylysy
---------------	----------------

Alizarin gyzył (alizarin-natriý sulfanaty) 	0,1%-li suwly ergin ýa-da 96%-li spirtde doýgun ergin
$\begin{array}{c} \text{C} \\ \text{O} \\ \text{C}_{14}\text{H}_5\text{O}_2(\text{OH})_2\text{SO}_3\text{Ha} \end{array}$	
Alýuminon $\text{C}_{22}\text{H}_{11}\text{O}_9(\text{NH}_4)_3$	500 ml suwda 0,5 g alýuminony eretmeli.
Ammoniý tetrarodano (II) merkuraty $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$	8 gr simap (II) hloridini we 9 gr ammoniý rodanidini 100 ml suwda eretmeli
Ammoniý molibdaty (molibden suwuklygy)	70 gr ammoniý molibdatyny 55 ml 25 %-li ammiak ergininde we 265 ml suwda eretmeli. Ergini 270 ml HNO_3-den ($d=1,19$) we 400 ml H_2O-dan ybarat bolan garynda goşmaly. Şol ergini 48 sagat goýumaly we ýokarky arassa ergini dökmeli.
Alinin hlorgidraty $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$ * * HCl-y	10 ml anilin bilen 10 ml HCl ($d=1,19$) garmaly
Brom suwy	1 ml bromy 100 ml suwda eretmeli

Dimetilglioksim (Çugaýewiň reaktiwi) $C_4H_8N_2O_2$ $\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ C = N-OH \\ \\ C = N-OH \\ \\ CH_3 \end{array}$	1 gr dimetilglioksimi 100 ml 96%-li spirtiň ergininde ýa-da 100 ml ammiak ergininde eretmeli
Ditizon $SC(N_2HC_6H_5)_2$ $\begin{array}{c} NH-NH-C_6H_5 \\ \\ S = C \\ \\ N = N-C_6H_5 \end{array}$	0,01 gr ditizony 100 ml CCl_4 (ýa-da $CHCl_3$) ergininde eretmeli we garantyl reňkli gapda saklamaly
Difenilkarbazid $\begin{array}{c} NH-NH-C_6H_5 \\ \\ O=C \\ \\ NH-NH-C_6H_5 \end{array}$	1 gr reaktiwi 100 ml 96%-li spirtiň ergininde eretmeli
Ýod suwy	1,3 gr ýod bilen 3 gr KI-ni 10 ml suwda eretmeli we 1:1 gatnaşyga çenli suw bilen garmaly
Kaliý digidroantimonaty KH_2SbO_4	22 gr duzy gyzdysmak arkaly 1: 1 suwda eretmeli, 5 min gaýnatmaly, sowatmaly, 35 ml 6N KOH erginini gos 24 sagat goýup, süzmeli

Krahmal (ergin)	1 gr eredilen krahmaly 3-5 ml sowuk suw bilen garmaly. Emele gelen garyndyny 100 ml gyzgyn suwa salyp, garysdyryp gaýnatmaly we soňra sowatmaly
Magnezial garyndy $\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$	100 gr $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ mad-dasyny we 100 gr NH_4Cl -y suwda eretmeli, 50 ml 25 %-li ammiak erginini goşmaly we 1:1 gatnasyga çenli suw bilen garmaly
Magnezial garyndy (II) $\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{NO}_3 + \text{NH}_4\text{OH}$	130 gr magniý nitratyny we 240 gr ammoniý nitratyny suwda eretmeli, 70 ml 3N ammiak erginini goşmaly we 1:1 gatnasyga çenli garmaly
Metil mämişini	0,3 gr metil mämişini 500 ml suwda eretmeli (0,06%-li er-gin)
Natriý $\text{Na}_3[\text{Cd}(\text{NO}_2)_6]$ geksanitro kobaltaty	21 gr natriý nitratyny we 29 gr kobalt nitratyny 50 ml distillirlenen suwda eretmeli, 1 ml 80%-li uksus kislotasynyň erginini goş-maly, 48 sagat goýmaly, süz-meli, 100 mle çenli suw bilen garmaly ýa-da 40 gr natriý deksanitrokobaltatyny 100 ml suwda eretmeli.

Kümüş – ammiak ergini (faurgoltyň reaktiwi)	1,7 gr kümüş nitratyny we 25 gr kaliý nitratyny suwda eretmeli, 17 ml 25 %-li ammiak erginini goşmaly we 1:1 gatnaşyga çenli suw bilen garmaly
Wodorod peroksidi	10 ml 30%-li wodorod peroksidiniň erginini 100 ml-e çenli suw bilen garmaly
Natriý geksanitro gursun kupraty $\text{Na}_2[\text{PbCu}(\text{NO}_2)_6]$	2 gr natriý nitratyny (himiki arassa) 0,09 gr mis asetatyny 16 ml suwdan we 0,2 ml 30 %-li uksus kis-ň ergininden ybarat bolan garyndyda eretmeli. Ergini ykjam ýapylýan gapda saklamaly
$\text{L}_1\text{-L}^1$ – Dipiridil	1 gr $\text{L}_1\text{-L}^1$ – dipiridili 100 ml 1 %-li natriý gidroksidiniň ergininde eretmeli
Magnezan (I) 	0,025 gr n-nitrobenzolazorezorsini 100 ml 1N natriý gidroksidiniň ergininde eretmeli

Magnezan (II)  	0,025 gr n-nitrobenzolazo-rezonsini 100 ml 1N natriý gidroksidiniň ergininde eretmeli
Fenolftalein $C_{20}H_{14}O_4$	0,1 gr fenolftaleini 100 ml etil spirtinde eretmeli.
Uranilasetat $UO_2(CH_3COO)_2$	30% -li uksus kislotasynyň erginindäki doýgun ergin
Sinkuranilasetat $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 3UO_2(CH_3COO)_2$	Ergin (I): 10 gr $UO_2(CH_3COO)_2$ we 3 ml 30% -li uksus kislotasynyň erginini 50 ml dist. suwda eretmeli we duzlar ereýänçä gyzdymaly. Ergini garyp 24 sagat goýmaly we süzmeli
Difenilamin $(C_6H_5)_2NH$	1 gr difenilamini 100 ml H_2SO_4-de ($d=1,84$) eretmeli
Nitron $C_2O_2H_{16}N_4$	10 gr nitrony 100 ml 5% -li uksus kis-ň ergininde eretmeli, azyrak goýup, aýna süzügüji bilen süzmeli. Gara aýnaly gapda saklamaly
α- Nagtilamin $C_{10}H_7NH_2$	0,3 gr maddany 150 ml 2N CH_3COOH ergininde eretmeli
Sulfanil kislotasy $NH_4C_6H_4SO_3H$	0,5 gr maddany 150 ml 2N CH_3COOH ergininde eretmeli
Fuksin $C_{20}H_{20}N_3Cl$	0,1 gr fuksini 100ml suwda eretmeli

bu ýerde $V = 3,18$ ml.

Formulada ýerine goýup:

$$m_{\text{NaOH}} = 0,1022 \cdot 40,00 \cdot 21,62 \cdot 250/1000 \cdot 25 = 0,8839 \text{ gr}$$

$$m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 0,1022 \cdot 53,00 \cdot 3,18 \cdot 250/1000 \cdot 25 = 0,1723 \text{ gr}$$

$$N(\text{NaOH}) = 0,1022 \cdot 21,62/25,00 = 0,08838 \text{ g-ekw/l;}$$

250 ml-däki NaOH-yň gramdaky massasyny tapýarys:

$$m = 0,08838 \cdot 40,00 \cdot 250/1000 = 0,8838 \text{ gr}$$

Edil şeýle usul bilen Na_2CO_3 -üň normallygyny we mukdaryny tapýarys:

$$N(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,1022 \cdot 3,18/25 = 0,1721$$

% -de aňlatsak

$$1,0562 \text{ ----- } 100\%$$

$$0,08838 \text{ ----- } w$$

$$w = 83,66\%$$

$$\text{NaOH } 83,66\%$$

$$X = 0,1721 \cdot 100/1,0562 = 16,34 \quad \text{Na}_2\text{CO}_3 = 16,34\%$$

Bu ýerde aýtmaly zatlaryň biri kömür kislotasy üçin dissosiasiýalaşma hemişeliginin K_1/K_2 gatnasygy 104-den kiçi. Diýmek, pH-yň böküşi (ekwiwalent massada) örän kiçi, şonuň üçin ýalňyslyk paýy 10-2% . Netijäni artdyrmak üçin aşakdakylar hödürlenilýär:

1. Fenolftalein bilen titrlemäni örän seresap amala aşyrmaly. Kömür kislotasynyň emele gelip gelmezligine se-retmeli

2. Howadan CO_2 -niň sorulmagyna päsgel bermeli, mu-nuň üçin Uorderiň agzy açyk kolbasynda saklamaly däl.

Uorderiň usuly diňe Na_2CO_3 -üň örän az mukdarynda ulanylsa, amatly bolýar. Na_2CO_3 -üň NaOH bilen gatnasygy 1:3-den uly bolmaly däl.

Barlag işi: tehniki çakyr kislotasynyň aýratyn ölçegler usuly boýunça analiz edilmegi.

Organiki eredijilerden etil spirti, aseton, etil efiri we başgalar ulanylýar. Organiki ýuwujylar bilen ýuwmaklygy ukyby pes talyplara we okuwça rugsat edilmeyär, diňe laborantlara rugsat berilýär.

3. Hrom garyndysy. Bu ýuwujy garyndy iň köp ulanylýandyr. Ony taýýarlamak üçin 10 ml H_2SO_4 -in aýna taýajyk bilen bulap gowy owradylan 10 g $K_2Cr_2O_7$ -in ýa-da $Na_2Cr_2O_7$ -i, üstünden guýmaly. Köp gerek bolsa ony şeýle taýýarlamak bolar: $K_2Cr_2O_7$ -iň 10 massa ülsi garyşdyrylýar. Ýöne bu ergin gowsakdyr. Hrom garyndysyny galyň diwarly aýna gaplarynda agzy ýapylgy saklamalydyr. Gaplar hrom garysygy ulanylmazdan öň suw bilen gowy ýuwulmalydyr, ulanylýan hrom bilen çätkalan gaplar 20-30 min saklanyp, soňra suw bilen ýuwulmalydyr. Ulanylýan hrom garyndysyny el ýuwulýana guýulman, gapakly gaplara guýmaly. Hrom garyndysy HNO_3 bilen hem taýýarlanylýandyr: 11 ml HNO_3 200g $K_2Cr_2O_7$ bolýar.

Analize gerek reagentleri (indikatorlary) taýýarlamak

Indikatoryň ady	pH araçägi	Taýýarlama düzgüni
1. Metil mämişi (0,1% -li ergin)	3,1 – 4,4	0,1g indikatory 100 ml suwda eredýärler
2. Metil gyzyly, (0,1% -li ergin)	4,4 – 6,2	0,1 g indikatory 100 ml etil spirtinde eredýärler
3. Fenolftalein (0,1% li ergin)	8,0 – 10,0	0,1 g indikatory 100 ml spirtde eredýärler.
4. Lakmus (0,5% -li ergin) 5,8-8,0	5,8 – 8,0	0,1 g indikatory 100 ml suwda eredýärler.
5. Difenilamin (0,1% -li ergin)		1 gr-ny 100 ml H_2SO_4 -de eredýärler.

Soraglar we ýumuşlar

1. Titrleme usulynda ulanylýan täsirleşmelerden edilýän talaplar?

2. 5,9120 g nusganyň çekim mukdary ölçeg kolbasynyň 1000 ml göwrümünde eredildi we ergini göwrümi kolbanyň belligine cenli ýetirdiler. NaCl erginiň titrini tapmaly.

3. Býuretkalar we pipetkalar ulanylmazdan öň şol dolduryljak erginler bilen çaykalýar? Sebäbini düşündiriň?

4. Titri 0,004120 g/ml bolan 10 ml we 150 ml erginde KOH-yň mukdary näçe ?

5. Haýsy maddalardan standart erginler ýasalýar we olardan edilýän talaplar?

6. 20 ml HCl kislotasyny titrlemäge 19,50 ml 0,09641 N NaOH harçlandy. HCl-yň normallygyny hasaplamaly.

7. Aşakdaky täsirleşmede $K_2Cr_2O_7$ -ni gram-ekwiwalendi näçe?

8. 2l ml 0,2 N H_2SO_4 kislotasynyň erginini taýýarlamak üçin dykyzlygy 1,84 bolan H_2SO_4 kislotasyndan näçe mukdarda almaly?

9. Haýsy maddalara standart erginler diýilýär?

10. 0,2 N KOH erginini almak üçin 725 ml 0,226 N ergine näçe ml suw guýmaly?

11. Kesgitlenilýän madda boýunça titrleme näme?

12. 0,03402g $AgNO_3$ -üň titrlemesine 20,02 ml HCl ergini gerek boldy. T_{HCl/Ag^+} hasaplamaly.

13. HCl-iň normallygyny kesgitlemek üçin haýsy «standart» maddalary ulanylýar?

14. 0,1734 g Na_2CO_3 -e 20,54 ml HCl harçlanyldy. HCl-iň normallygyny tapmaly?

15. 0,2648 g tehnik sodany neýtrallasdyrmak üçin 24,44 ml 0,1972 N H_2SO_4 harçlandy. Sodanyň % -ni hasaplamaly?

16. Näme üçin KOH-yň we NaOH-yň «standart titrini» 3 aýdan artyk saklamak bolmaýar.

17. 40 ml 0,2175n HCl erginine 45,04 ml 0,1952n KOH gosuldy. Alnan erginiň titrini we normallygyny kesgitleň.

a) 1,51 0,2 N ergini almak üçün nəçe ml HCl($d=1,198$) gerek?

Jogaby 25 ml.

b) 500 ml 0,1 N ergini almak üçün natriý tetraboratyn-dan (buradan) nəçe mukdar almaly?

J-9,54 g.

c) haýsy standart madda bilen HNO_3 ergininiň normallygyny takyklyp bolar?

d) eger $\text{THCl/KOH} = 0,003466$ g/ml bolsa, KOH-yň normallygyny tapmaly?

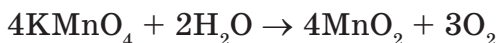
e) takmynan, 0,1N NaOH ergininiň normallygyny kesgitlemek üçin gähriba (ýantar) kislotasyndan gerek mukdary hasaplamaly?

ä) 0,2296 g NaOH suwda eredilýär we kükürt kislotasy H_2SO_4 bilen titrlenýär. H_2SO_4 -üň normallygy 0,1734 g-ekw/l-e deň. Nusgadaky natriý karbonatynyň we natriý gidroksidiniň mukdaryny tapmaly. Eger fenolftaleiniň gatnaşmagynda kükürt kislotasyndan titrlemä 29,25 ml, metil mämişiniň gatnaşmagynda 30,90 ml harçlanan bolsa (býuretkä gaýtalap doldurylmadyk ýagdaýynda), jogaby NaOH 88,68% , Na_2CO_3 – 10,34%

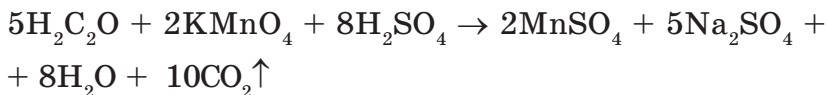
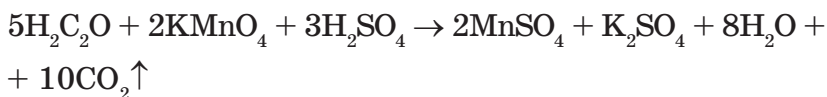
10.2. Okislenme-gaýtarylma titrleme analiz usuly

KMnO_4 erginini taýýarlamak we şawel kislotasy bilen titrini takykklamak. Şu titrlemede esasy 0,05 N KMnO_4 erginini ulanmak maslahat berilýär. Arassa permanganaty almak gaty kyn, köplenç, onuň düzümi (IV) marganesiň ujypsyz mukdary bilen hapalanýandyr. Analitiki terezide çekilip, soňra şol wagtyň özünden ondan taýýarlanylýan ergin takyk konsentrasiýaly däldir. Onuň titri taýýarlanylýandan 7-12 günden soň takyklanýlýar. Permanganatyň tursy erginlerini saklap bolýan däldir. Sebäbi olar neýtral-aram erginlerden has tiz dargaýandyrlar. Permanganat erginini MnO_2 -den arassalamak üçin süzýärler, ýöne süzgüçli aýna stakanda süzýärler. Çekilip alnan KMnO_4 -ny himiki staka-

na ýa-da kolba ýerleşdirýäris. KMnO_4 -i nyň kristallarynyň haýal ereýänligi sebäpli ölçenip alnan suwuň ýarysyny $80-90^\circ\text{C}$ -da gyzdyrýarlar we az-azdan guýup bulap durýarlar. Soňra ergin bölegi seresaplyk bilen stakana geçirýärler we kristallara ýene-de gyzgyn suw gosýarlar. Eränden we sowandan soň galan suwy kolba guýýarlar we agzyny dyky bilen ýapýarlar. 10-12 gün goýýarlar. Ergin garaňky ýerde saklanýar, sebäbi ýagtylyk permangnatyň dargamagyny çaltlandyrýar:



KMnO_4 -üň ergini çalt şeýle taýýarlanylýar: 1,58 gr himiki arassa KMnO_4 -ü 1 litr suwda eredýärler. Ergini gaýnaga çenli gyzdyrýarlar. Gyzdyrmagy gaýnama temperatura ýakyn (1 sagat) dowam etdirýärler. Soňra aýna süzgüç arkaly arassa çýüşe gaba süzýärler. Soňra ondan 0,05 N ergin taýýarlap, titrini barlaýarlar. Wagtyň geçmegi bilen gabyň düýbünde MnO_2 -niň çökündisi peýda bolsa, onda ýene-de aýna süzgüçden süzmeli we täzeden onuň titrini anyklamaly. KMnO_4 erginiň titri şawel kislotasy $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bilen takyklanylýar. Şonuň ýaly-da Fe metaly hem ulanylýar. KMnO_4 bilen titrleme indikatorsyz geçirilýär.



Täsirleşmäniň ikisinde-de C_2O_4 oksalat iony $\text{C}_2\text{O}_4^{2-} = 2\text{CO}_2 \uparrow$ çenli okislenýär.

$$\Theta_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{126,06}{2} = 63,03 \text{ g}$$

$$\Theta_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{134,00}{2} = 67,00 \text{ g}$$

KMnO_4 -üň, takmynan, 0,05 N ergini taýýarlanylýar, şol sebäpli şawel kislotasynyň erginini hem 0,05 N taýýarlamaly. KMnO_4 -üň ergininiň normallygy şawel kislotasy esasynda kesgitlenilýär. 250 ml 0,05 N şawel kislotasynyň erginini taýýarlamak üçin gerek mukdar $m = 63,03 \cdot 0,05 \cdot 0,25 = 0,78 \text{ g}$.

Kesgitleme düzgüni

Şawel kislotasynyň hasaplanan agram bölegini býuksyda analitiki terezide çekmeli we distillirlenen sowuk suwda eretmeli. Ergini kolbanyň belgisine çenli ýetirmeli. Kolbanyň agzyny dyky bilen ýapmaly we ergini gowy garmaly. Emele gelen erginiň normallygyny hasaplamaly.

$$T = \frac{M}{V} = \text{g/ml}, \quad N = \frac{T \cdot 1000}{Y} = \text{g/ekw/l}.$$

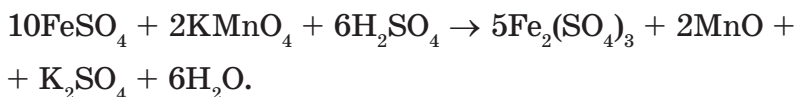
Bu ýerde M – massa, V – göwrüm.

Şawel kislotasynyň galyndysy galan býuksy çekmeli. Şawel kislotasyndan pipetka bilen 25 ml ölçäp alýarlar we titrlenjek kolba geçirýärler. Oňa 10-15 ml 2N H_2SO_4 -üň erginini çüýşe kranly býuretkadan guýýarlar. Titrlemäniň başynda KMnO_4 ergini gyzgyn işçi ergine damjalap goşulýar. Her soňky damja emele gelen reňk ýitenden soň goşulýar. Ilki bilen KMnO_4 -üň reňkiniň öcmegi haýal geçýär. Emma katalizatoryň roluny ýerine ýetirýän marganesiň sulfatynyň MnSO_4 -üň emele gelmegi bilen ol titrlenýär. Titrlemäni artykmaç goşulan damja esasynda erginiň açyk-malina, gyzyl-melewşe reňki 1 min öcmän saklananda erginiň gyzygynlygy 60°C -den pes bolmaly däldir. Reňk ak kagyzyň üs-

tünde gowy görünyär. Titrleme üç gezek geçirilip, onuň ortaça bahasy alynýar. Permanganat ergininiň normallygy, titri we agramyhasaplanylýar (N,T,m).

Moruň duzunyň düzümindäki Fe-iň kesgitlenişi

Demir kaliý permanganaty bilen titrlenilýär. Ergin $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -üň ergini bilen tursadylýar we soňuna çenli titrlenilýär. Fe(2), Fe(3)-e çenli okislenýär:



KMnO_4 -üň normallygy we titrlemäge harçlanan göwrümi, analiz edilýän ergindäki demriň mukdary aňsat hasaplanylýar. Mysal üçin:

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ düzümi bolan Moruň duzunyň düzümindäki demriň kesgitlenişini alýarlar.

Kesgitlemek düzgüni

Moruň duzunyň ergininden kesgitlenen mukdaryny (250 ml göwrümlü) kolba salýarlar, kolbanyň halkasyna çenli distillirlenen suwdan doldurýarlar we gowy garyşdyrýarlar. Erginden 25ml pipetka bilen ölçäp alýarlar we titrlemede ulanylýan kolba ýerleşdirýärler, kükürt kislotasynyň 2N ergininden 10-15 ml goşýarlar we kaliý permanganatynyň işçi ergini bilen titrleýärler. Titrlemäni sowukda geçirýärler, sebäbi gyzdyrylanda howanyň kislorody bilen (II) demir (III) demre çenli okislenýär. Açykgyzyl reňk 1-2 min dowamynda ýitmän dursa, KMnO_4 -üň goşmagy we titrlemäni gutarmaly. Titrlemäni birnäçe gezek gaýtalamaly we ortaça bahasyny almaly. Analiz edilýän erginiň düzümindäki Fe-iň gram mukdaryny hasaplamaly. KMnO_4 -üň Fe-e baglylyk titrini hasaplamaly:

$$T_{\text{KMnO}_4/\text{Fe}} = \frac{N_{\text{KMnO}_4} \cdot \vartheta_{\text{Fe}}}{1000} = \frac{0,05081 \cdot 55,85}{1000} = 0,002838.$$

Demriň *gr/ekw* 55,85-e deňdir. Eger 25 ml analiz edilýän ergini titrlemäge ortaça 23,80 ml KMnO_4 ergininden harçlananda, onda 250 ml erginde Fe-iň saklanýan mukdaryny hasaplaýarlar:

$$m_{\text{Fe}} T_{\text{KMnO}_4/\text{Fe}} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot \frac{V_{\text{kol.Gw250ml}}}{V_{\text{pipetka 25ml}}}$$

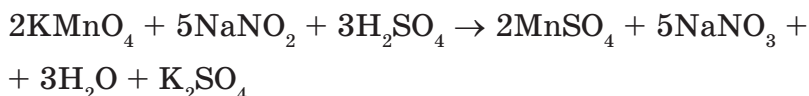
$$m_{\text{Fe}} = 0,002838 \cdot 23,80 \cdot 10 = 0,6754\text{g}.$$

0,1 n Moruň duzunyň ergininiň taýýarlanylyşy:

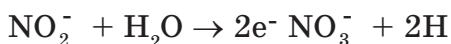
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Mol.massa 392,14. 40 grama ýakyn gögümtil ýasyl Moruň duzunyň kristallaryny 500 ml suwda eredýärler, oňa seresaplyk bilen 100 ml dykzyzlygy $1,84 \text{ gr/sm}^3$ bolan H_2SO_4 erginini goşýarlar. Soňra 11 litre çenli suw bilen gowşadýarlar (gerek bolsa süzýärler).

Barlag işi: tehniki NaNO_2 -den nitriti kesgitlemek

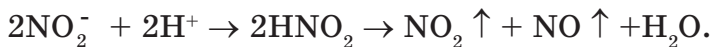
Nitritler bitarap ýa-da aşgar gursawda (sredada) kaliý permanganaty bilen täsirleşmeýärler. Tursy, gyzygyn erginde nitritler nitratlara çenli okislenýär:



NO_2 -niň NO_3 -e çenli okislenmegi şeýle shemada geçýär:



Tursadylan natriý nitratynyň ergini kaliý permanganaty bilen haýal titrlenende pes netije alynýar, sebäbi nitritler kislotalarda azot oksidini emele getirip dargaýarlar:



Şonuň üçin ýitgi bolmaz ýaly Lýungeniň nusgawy usuly ulanylýar.

Lýungeniň usulynda kesgitlemek düzgüni.

250 ml 0,05 N ergini taýýarlamak üçin, natriý nitritiniň gerek mukdaryny takyk hasaplap almaly, kolba geçirmeli we halkasyna cenli erginden doldurmaly. Taýýarlanan erginden býuretkany doldurmaly. Göwrümi 500-ml-lik düýbi düz kolba pipetka bilen takyk ölçenilen 25 ml KMnO_4 -üň işçi ergininden geçirmeli we 1:4 gatnasykda gowsadylan H_2SO_4 -üň ergininden şonça goşmaly. Ol ergini 250 ml-e cenli gowsadyrlar. Çala gyzdyrýarlar we natriý nitritiniň ergini bilen titrleýärler. Titrlemäni kaliý permanganatyň- KMnO_4 reňki soňky bir damjadan ýityäncä dowam edýärler. Titrlemäni 2-3 gezek gaýtalaýarlar. Ortaca bahasyny alyp kesgitlenýän nusga erginiň düzümindäki natriý nitritiniň mukdaryny kesgitleýärler. Alnan duzuň mukdary esasynda tehniki duzyň düzümindäki nitritiň saklanýan mukdaryny kesgitleýärler.

Hasaplama

Täsirleşmä gatnaşýan KMnO_4 -üň we NaNO_2 -üň göwrümi we işçi erginiň normallygy belli bolanson, NaNO_2 -ni normallygy kesgitlenilýär:

$$N_{\text{NaNO}_2} = \frac{V_{\text{KMnO}_4} \cdot N_{\text{KMnO}_4}}{V_{\text{NaNO}_2}}.$$

Erginiň normallygy arkaly duzdaky nitritiň mukdary kesgitlenilýär:

$$T = \frac{N_{\text{NaNO}_2} \cdot \Theta_{\text{NaNO}_2}}{1000} : m_{\text{NO}_2} = T \cdot V \text{ göwrümi belli bolan kolbada taýýarlanylýar.}$$

Hasaplamany analiz edilýän maddanyň titrini ulanmak bilen hem geçirmek bolar:

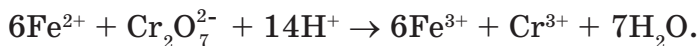
$$T_{\text{KMnO}_4} / \text{NaNO}_2 = \frac{N_{\text{KMnO}_4} \cdot \mathfrak{E}_{\text{NaNO}_2}}{1000};$$

$$m_{\text{NaNO}_2} = \text{NaNO}_2 = T_{\text{KMnO}_4} / \text{NaNO}_2 / \text{NaNO}_2 \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot \frac{V_{\text{ölçegkolba}}}{V_{\text{pipetka}}}$$

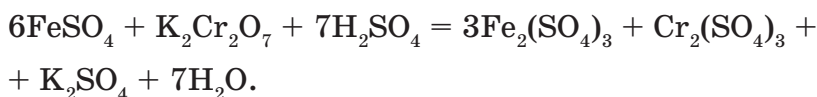
$$T_{\text{KMnO}_4} / \text{NaNO}_2 = \frac{N_{\text{KMnO}_4} \cdot \mathfrak{E}_{\text{NaNO}_2} V_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{ölçeg kolba}}}{1000 \cdot V_{\text{pipetka}}}$$

Dihromatometriýa usuly arkaly Fe(II)-niň kesgitlenişi

Fe(II)-niň dihromatometriki usul arkaly kesgitlenişi aşakdaky täsirleşme arkaly geçýär:

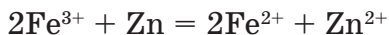


Erginiň düzümindäki göni titrleme usuly bilen difenilaminiň gatnaşmagynda kaliý dihromatynyň standart ergini bilen kesgitlemek:



Kesgitlenilýän ergine kükürt kislötasy has tursý kislöta gursawyny saklamak üçin guýulýar, sebäbi olary difenilamin wagtyndan ön okislenen görnüşine geçirmegi mümkin. Dihromatometriýanyň kömegi bilen, esasan, hem splawlardaky, şaklardaky, magdanlardaky demriň saklanylýan mukdaryny kesgitlemek mümkin. Olar eredilende Fe (III) iona geçýär, şol sebäbi işi geçirmezden ön Fe (III) gaýtarylmalýdyr. Fe (II)-ä çenli gaýtarmak bolsa metallaryň täsiri bilen amala aşyrylýar. Mysal üçin;

Sink metaly arkaly:



Magdanlary, splawdyr-slaklary derňewe taýýarlamak üçin örän köp wagt sarp etmeli bolýar, sol sebäpli biz diňe dihromatometriýa usuly arkaly demri kesgitlemekde durup geçeris.

Isiň geçirilişi: göwrümi 100-200 ml kolba erginden azajyk (mugallym näçe almaly diýse) guýuň (erginde hemme demir gaýtarylan bolmalydyr, sol sebäpli Moruň duzundan alyň). Kolbanyň belgisine çenli üstüne distillirlenen suw guýuň we gowy çaykaň, 10 ml göwrümi belli kolba guýuň, soňra üstüne 1-2 damja difenilamin damdyryň, 3 ml ortafosfor kislotasyndan guýuň we 5 ml (1:4 gatnasykda) gowsadylan kükürt kislotasyndan guýuň. Emele gelen erginiň garyndysyny býuretkä guýup, kaliý dihromatynyň standart ergini bilen titrläň. Durnukly gögümtil-syýa reňk emele gelýänçä titrlemeli. Titrlemäni 3-4 gerek gaýtalaň we ortaça bahasyny alyň. Erginiň düzümindäki Fe-iň mukdar-massasyny kesgitleň.

Meselem: 10 ml Fe(II) erginine titrlemäge 8,25 ml 0,1003 N kaliý dihromatynyň ergini harçlansa, onda duzuň normallygy şeýle bolar:

$$N = 0,10003 \cdot 8,25 / 10,00 = 0,08275.$$

Dihromatometriýa usuly bilen titrlemekde Fe-iň gaýtaryjy ekwiwalent massasy 55,85 g/mol-a deňdir. Şonuň üçin Fe (II)-niň 0,1 N kesgitlenilýän erginde massasy:

$$M = N \cdot \dot{Y} \cdot V = 0,08275 \cdot 55,85 \cdot 0,1 = 0,4624 \text{ g}.$$

Ýodometriýa analiz usuly

Ýodometriýa usuly diýip kesgitlenilýän maddanyň mukdaryna siňdirilen ýa-da bölünip cykýan ýoduň mukdary boýunça baha berilýän titrlemek analizi usulyna aýdylýar. Oksilendiriji hökmünde, birnäçe gaýtaryjy-

lar bilen təsirleşmä girişmäge ukyply bolan elementar erkin iod hyzmat edýär:



$E_{\text{oJ}_2/2\text{I}^-}$ sistemanyň standart okislendiriji potensialy $\text{pH} = 0$ we 25°C bolanda $0,54\text{B}$ -deň. Şonuň üçin okislendiriji potensiyaly şu ululykdan pes bolan maddalar gaýtaryjylar bolýarlar we şeýlelikde ýody, «sorup», təsirleşmäni çepden saga gönükdirerler (ugrukdyrarlar). Şeýle maddalara, mysal üçin kükürdiň (IV) oksidi SO_2 , natriý tiosulfaty $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, alýuminiý oksidi Al_2O_3 , galaýy (II) hloridi SnCl_2 we başgalar degişlidirler. Okislendiriji potensialy $0,54\text{B}$ -dan ýokary bolan maddalar, I-ýod ionyna degişlilikde okislendirijiler bolarlar we təsirleşmäni erkin ýoduň önümi çykýan tarapyna (ugruna) gönükdirerler (ugrukdyrarlar):



Şeýle maddalara, mysal üçin kaliý permanganaty KMnO_4 , kaliý dihromaty $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, marganes (IV) oksidi MnO_2 , hlor Cl_2 , brom Br_2 we başgalar degişlidirler.

Siňdirilen ýa-da bölünip çykýan ýoduň mukdaryny ölçäp, okislendirijileriň we gaýtaryjylaryň mukdaryny hasaplap bolýar, ýöne şuna meňzeş kesgitlemeler geçirilende yzyna gaýdýan təsirleşmeleri hakykatda yzyna gaýtmaýan görnüşe geçirilen ýagdaýynda, ýagny olaryň gerekli tarapa soňuna çenli gider ýaly edilen ýagdaýynda mümkindigini göz önünde tutmak gerek.

Ýokary okislendiriji potensialy bolan okislendirijiler we pes okislendiriji potensialy bolan gaýtaryjylar kesgitlenilende (1) we (2) təsirleşmelerde hakykatdan soňuna çenli ýetilýär. $\text{I}_2/2\text{I}^-$ sistemanyň - ulgamyň potensialyna ýakyn, okislendiriji potensialy bolan «gowsak» gaýtaryjylaryň we «gowsak okislendirijileriň» təsirleşmeleri öwrülišiklidirler. (1) təsirleşmede ýodid-ionlarynyň emele gelýän tarapyna

reaksiýanyň has doly geçmegi üçin, ony ýoduň artyk bolmagynda, gowsak gursawda geçirmek we ýodidleriň artykmaç bolmagyndan saklanmak zerurdyr.

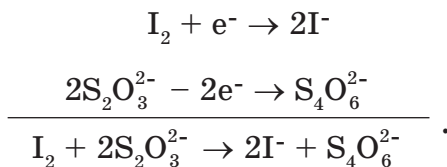
PH > 8 bolan ýagdaýynda: täsirleşme geçýär.

Erkin ýoda garanynda has ýokary okislendiriji potensialy gipoidid emele gelýär. Diýmek asgar gursawynda bu usuly ulanyp bolmaýar. (2) täsirleşme erkin ýoduň bölünip çykýan tarapyna geçer ýaly sistemadan emele gelýän erkin ýody aýyrmak we ony ereýän birleşmä geçirmek üçin, ony tursy gursawda geçirmekli, ýodidleriň artykmaç mukdaryny goşmaly, we täsirleşmäni çaltlandyrmak üçin ulgamdan bölünip çykýan erkin ýody aýyrmak gerekdir.

Görkezilen maddalardan başga-da ýodometriýa titrleme usuly bilen hem kislotalaryň mukdaryny kesgitlep bolýar. Bu kesgitleme, I ionlarynyň iodat ionlary- IO_3^- bilen okislenmegi diňe tursy gursawda bolup geçýär we ol erkin kislota ýitenden soň kesilýär:



Bölünip çykan erkin ýoduň mukdary ergindäki kislotalaryň mukdaryna ekwiwalent (deň derejeli) bolýar. Ýodometriki kesgitlemek usuly birnäçe görnüşden durýar, göni we tersine titrleme usullary. Bölünip çykýan erkin ýoduň mukdaryny, ony natriniň tiosulfaty $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ bilen titrläp kesgitleýärler:



Natriniň tiosulfaty erkin ýody siňdirýär we täsirleşmäniň deňagramlylygyny saga süýşürýär. Täsirleşmäniň çepden saga geçmegi üçin erkin ýoduň köplügi zerur. Adatça,

tersine titrleme usulynda titrlenişi geçirýärler. Kesgitlenil ýän gaýtaryja ýoduň titrlenen ergininiň köp mukdaryny goşýarlar. Onuň bir bölegi gaýtaryjy bilen täsirleşmä girişýär, galyndysyny bolsa natriý tiosulfatynyň ergini bilen titrläp kesgitleýärler.

Krahmalyň ergini, ýodometriýada örän duýgur indikator bolup durýar. Ol ýod bilen intensiw-gök reňkli gowşak birleşmäni berýär. Gök reňke reňklenmesi ýodokrahmal diýip atlandyrylýan krahmalyň bölekleri bilen ýoduň adsorbsiýalaýyn birleşmesiniň emele gelmegi arkaly bolýar diýip düşündirilýär. Temperaturanyň ýokarlanmagy bilen ýoduň krahmal bilen birleşmesi dargaýar we erginiň reňki ýitýär. Şonun üçin ýodometriki kesgitlemeleri sowukda geçirmeklik zerurdyr.

Eger-de haýsy hem bolsa bir gaýtaryjynyň erginine ýuwaş-ýuwaşdan ýoduň ergini goşulsa, onda ýoduň artyk damjasyndan ekwiwalent nokadynda krahmalyň bolmagynda ergin ýitmeýän gök reňkini alýar. Tersine, ýoduň erginine ýuwaş-ýuwaşdan gaýtaryjynyň goşulmagy bilen ekwiwalent nokadynda erginiň gök reňkiniň ýitmegi bilen häsiýetlendiriler. Şeýlelikde, ýodometriýada gaýtaryjylary kesgitlemek üçin ýoduň ergininde (gök reňke öwrülmegini) we onuň ergininden ýitmegini (gök reňkiniň ýitmegini) aňsat görüp bolýar. Emma erkin ýoduň emele gelmeginiň kesiliş pursadyny (ekwiwalent nokady) krahmal bilen görüp bolmaýar. Şonun üçin ýodometriýa bilen okislendirijileri kesgitlemek üçin çalsyrma usuly ulanylýar: eger okislendiriji ergine kaliý iodid erginiň köplügi (artygy) goşulsa, onda okislendiriji erginden erkin ýoduň takyk ekwiwalent mukdaryny bölüp çykarar. Bölünip çykan ýody haýsy hem bolsa bir gaýtaryjy bilen titrläp, barlanylýan ergindäki oksilendirijiniň mukdaryny hem kesgitlemek aňsat (ýeňil) bolýar. Şeýlelikde, kaliý ýodidi işçi titrlenen ergin hökmünde däl-de, kömekçi ergin hökmünde ulanylýar. Oksidlendirijiler kesgitlenende titrlenen işçi ergin hökmünde, adatça, natriý tiosulfatynyň ergini ulanylýar. Indikatoryň erginini

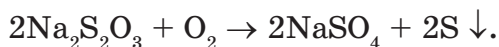
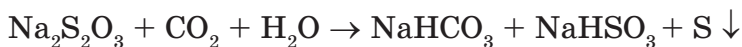
taýýarlamak üçin 5 gr krahmal çekip (ölçäp) alýarlar, sowuk suwuň az mukdary bilen pugta (ykjam) sürtüp çalyarlar we alnan garyndyny ýuwaş-ýuwaşdan 100 ml gyzgyn suwuň üstüne guýýarlar. 2-3 min gaýnadylandan soňra krahmalyň ergini ulanmaga taýýar. Ýod tiosulfat bilen titrlenende köp mukdarda bölünip çykýan ýoduň krahmal bilen adsorbirlenmezligi – sorulmazlygy we ýoduň tiosulfat bilen täsirleşmesiniň haýallamazlygy üçin indikator – krahmal titrlemäniň iň soňunda ergine goşmalydyr.

Natriý tiosulfatynyň işçi erginini taýýarlamak we onuň titrini kesgitlemek

Natriý tiosulfatynyň işçi erginini taýýarlamak. Krahmalyň erkin ýoda bolan ýokary duýgurlygyny göz önünde tutup, ýodometriýada pes konsentrasiýaly işçi erginler ulanylýar. Titrimetriki barlagyň beýleki usullarynda, adatça, 0,05-0,01 N ergin ulanylýar.

Natriý tiosulfatynyň gram-ekwiwalentini onuň ýod bilen täsirleşmesi boýunça kesgitleýärler. Tiosulfatyň $S_2O_3^{2-}$ iki iony ýoduň molekulasy bilen özara täsir edýändigini, şonlukda tetrasianat-iona öwrülip, iki elektrony berýändigini şu täsirleşmeden gelip çykýar. Şeýlelikde, $\Theta_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = 248,19g$. Takmynan 0,01 N erginiň 1 litrini taýýarlamak üçin $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ duzunyň 2,5 g golaýyny almaly.

Takyk çekimi almak arkaly natriý tiosulfatynyň titrlen erginini taýýarlamak mümkin däl, sebäbi bu duz howada aňsatlyk bilen dargaýar - tozanlaşýar. Suwly erginlerde, tiosulfat, kömür tursy gazynda we howanyň kislorodynda dargaýar.

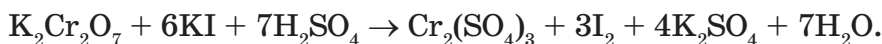
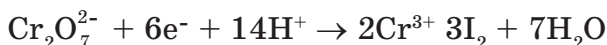
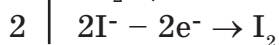
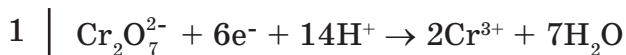


Natriý tiosulfaty mikroorganizmleriň (tiobakteriýalar) we ýagtylygyň täsiri astynda has uly dargama sezewar bolýar. Şol sebäpli tiosulfatyň ergini ilki, takmynan, konsentrasiýada taýýarlanylýar, ony 10 güne golaý saklaýarlar we diňe şondan soňra haýsy hem bolsa bir deslapky madda boýunça onuň titrini kesgitleýärler. Titrlemezenen öňürti natriý tiosulfatyny eretmek üçin niýetlenen distillirlenen suwy, uglerod (IV) oksidini aýyrmak we bakteriýalary ýok etmek üçin öňünden gaýnadýarlar. Soňra gaty kaliniň gidroksidi (KOH) bilen doldurylan U-görnüsli turbajykly dyky bilen ýapylgy kolbada suwy sowadýarlar. Tehniki terzilerde natriniň tiosulfatynyň $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, takmynan, çekimini alýarlar we ony gaýnadylyp sowadylan distillirlenen suwda eredýärler. Ergine 0,2 g natriý karbonatyny Na_2CO_3 erginiň her bir litrine goşýarlar. Ergini garaňky, pugta ýapylan gapda saklaýarlar.

Natriý tiosulfatynyň ergininiň titrini, adatça, önden taýýarlanan kaliý dihromatynyň standart ergininiň kömegi bilen kesgitleýärler.

Kaliniň dihromaty boýunça natriý tiosulfatynyň ergininiň titrini kesgitlemek. Kaliý dihromaty – natriniň tiosulfatynyň ergininiň titrini kesgitlemek üçin gowy madda. Ony himiki taýdan arassa görnüşde gaýtadan kristallasdyrmak arkaly aňsat alyp bolýar. Onuň düzüminde kristallasdyryjy suw ýok. Kaliý dihromatynyň erginleri örän durnukly. Kaliý dihromaty – güýçli okislendiriji ($E_{\text{O}_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}}/\text{Cr}^{3+}} = 1,36 \text{ w}$, haçanda $\text{pH} > 7$). Natriý tiosulfaty bilen gös-göni okislendirijileri titrlmek (we tersine), özünden döreýän täsirleşmeleriň emele gelmegi we ekwiwalent nokady kesgitlemegiň çylsyrmylygy sebäpli amala asyrylmaýar. Kaliý dihromaty boýunça natriý tiosulfaty kesgitlelenilende orunbasarly çalsyrma usuly ulanylýar. Munuň üçin kömekçi ergin kaliý iodidini ulanýarlar. Kaliý dihromaty boýunça natriý tiosulfatynyň titrini kesgitlemek, kaliý dihromatynyň okislendirijiler ýaly bolup, kaliý dihromatyndan çekip alynan nusga ekwiwalent (deň) mukdarda kaliý iodidinden erkin

ýody bölüp çykarýandygy bilen düşündirilýär. Bölünip çykan ýody natriý tiosulfaty bilen titrleýärler:



Eger-de biz 0,05 N ýakyn natriý tiosulfatynyň erginini taýýarlasak, onda kaliý dihromatynyň erginini hem, takmynan, şol konsentrasýada taýýarlamaly.

$$\text{Teoretiki çekim } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{49 \cdot 0,05}{4} = 0,6 \text{ g}$$

$$\ni \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{294,21}{6} = 49,04 \text{ g}.$$

Kaliý dihromatynyň $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ hakyky çekimini analitiki terezilerde alýarlar, ony 250 ml göwrümli kolba geçirýärler, distillirlenen suwda eredýärler, soňra bellige çenli suw guýýarlar we kolbany dyky bilen ýapyp, ergini pugta (ykjam) garýarlar. Hakyky çekimiň esasynda kaliý dihromatynyň ergininiň normallygyny (kadalylygyny) hasaplaýarlar.

Titrlmegi şeýle görnüşde geçirýärler. Konus görnüşli kolba, kaliý dihromatynyň – $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ hakyky nusgasy bilen deňeşdirilende, 1,5-2 essä golaý köp duz saklaýan kaliý ýodidiniň ergininiň 20 ml-ni guýýarlar. Soňra muňa 15-20 ml kükürt kislotasynyň 20%-li erginini we kaliý dihromatynyň $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ standart ergininden damdyrgyç (pipetka) bilen takyk ölçenilen (20 ýa-da 25 ml) göwrümi guýýarlar. Täsirleşmäniň tamamlanmagy üçin ergini garaňkyda 5 min-ta golaý goýulýar soňra 100-150 ml suw goşýarlar we taýýarlanylýan, titrini kesgitlemeli natriý

tiosulfatynyň ergini bilen titrleýärler. Ilkibaşda titrlemäni indikatorsyz alyp barýarlar we diňe haçanda ergin açyk-sary bolanda 2-3 ml krahmal goşýarlar hemde Cr^{3+} ionlarynyň emele gelmegi netijesinde, erginiň gök öwüsegini ýitip gidýänçä we ýaşyl öwüsegini görünýänçä titrlemäni dowam edýärler.

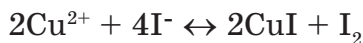
Ýoduň erginini taýýarlamak we titrini kesgitlemek.

Takmynan, 0,1 N ýod ergininiň 1 litrini taýýarlamak üçin 12,7 g ýod almaly. Arassa kaliý ýodidiň 20-25 gramyny 1000 ml kolba ýerleşdirýärler we ony 50-60 ml suwda eredýärler. Soňra ölçenilen ýoduň mukdaryny – (12,7 g) goşýarlar we ol eränden soňra bellige cenli suw bilen doldurýarlar. Alnan ergini natriý tiosulfatynyň ergini bilen titrleýärler. Ergin açyk-sary reňke öwürülende 2-3 ml krahmal goşýarlar. Erginiň gök reňki doly ýitenden soňra titrlemäni tamamlapýarlar. Wagtyň geçmegi bilen ýagtylygynyň täsir etmegi we ýoduň uçmagy netijesinde ýod ergininiň titriniň üýtgäp bilýändigini göz önünde tutmak gerek. Sonuň üçin ýoduň işçi ergininiň titrini, adatça, wagtal-wagtal barlaýarlar.

Okislendirijileri kesgitlemek

Mis kuporosynyň ergininde misi kesgitlemek

Misiň (II) ionynyň kesgitlenilişi, erkin ýoduň ekwiwalent mukdarynyň bölünip çykmagy bilen we soňra ony natriý tiosulfatynyň ergini bilen bolup geçýän, mis (II) ionlary bilen ýodid-ionlaryň özara himiki täsirleşmegine esaslanan. Mis (II) ionlary bilen ýodid-ionlaryň arasyndaky täsirleşme şu deňleme boýunça geçýär:



Su täsirleşme öwrülişikli bolany sebäpli, onuň hakykatda doly çepden saga geçmegi üçin I ionlaryň konsentrasiýasyny köpeltmeli. Täsirleşmäni gowsak tursy gursawda geçirýärler, sebäbi güýçli aşgar gursawda täsirleşme örän haýal geçýär, misiň duzlarynyň gidrolizi we ýoduň öz-özün-

den dikelmegi we gaýtarylmagy bellenilýär, güýçli tursý gursawda iodid-ionlar howanyň kislorody bilen okislenýärler. Konus görnüşli kolba pipetka bilen öwrenilýän erginden 25 ml alýarlar, oňa kükürt kislotasynyň (H_2SO_4) 4N erginden 2-4 ml we kaliý ýodidinden 3-5 g goşýarlar, 5 minutlap goýýarlar. Soňra natriniň tiosulfaty bilen titrleýärler. Titrlemäniň ahyrynda krahmal goşýarlar. Haçanda erginiň gök reňki ýitende we öçügsi-gülgüne çökündi galanda titrlemäni tamamlýarlar.

Goý, 6,2508 g mukdarda mis kuporosynyň çekimi alnan, 250 ml ölçeg kolbada eredilen diýip çak edeliň. Titrlemek üçin taýýarlanan mis kuporosyň ergininden 25 ml alnan. Bölünip cykan ýody titrlemek üçin normallygy (kadalylygy) 0,1015-e deň bolan natriý tiosulfatyndan 24,1 ml harçlandy. Misiň mukdaryny tapalyň.

Taýýarlanan mis sulfatynyň ergininiň normallygy (kadalylygy) suňa deň bolar:

$$N_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{0,1015 \cdot 24,1}{25} = 0,09783(\text{g} - \text{ekw/l}).$$

250 ml mis kuporosyň ergininde ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çekiminde)

$$m = \frac{63,54 \cdot 0,09783}{1000} = 1,5530 \text{ g Cu bar.}$$

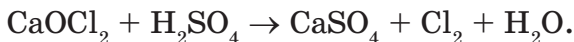
ýa-da %-de

$$\frac{6,2508\text{gCuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} - 100\%}{1,5530\text{gCu}} \quad \text{düzýär } x = \frac{1,5530 \cdot 100}{1000} =$$

$$= \frac{155,3}{6,2508} = 24,84\%.$$

- x% düzýär

Agardyjy hekdäki «aktiw» hlory kesgitlemek. Agardyjy hek diýip kalsiý hloridiniň CaCl_2 we kalsiý gipohloridiniň $\text{Ca}(\text{OCI})_2$ duzlarynyň garyndysyna aýdylýar. Adatça, ony CaOCl_2 formula bilen aňladýarlar. Hlorly heke kislota täsir edilende «aktiw» hlorynyň bölünip çykması bolup geçýär:



Agardyjy hekdäki «aktiw» hlory ýodometriki usul bilen kesgitlemek, «aktiw» hloruň mukdaryna ekwiwalent mukdarda erkin ýoduň bölünip çykmagy bilen bolup geçýän we ýodid-ionlaryny agardyjy hekdäki «aktiw» hloruň okislendirmegine esaslanandyr:



Bölünip cykan ýody natriý tiosulfaty bilen titrleýärler.

Agardyjy hekiň takyk çekimini (2-3 g çemesi) alýarlar, daşly soka (sokuja) geçirýärler we ony suw bilen oňat garýarlar. Garyndyny 250 ml ölçege kolba mukdar taýdan doly (ýitgisiz) geçirýärler. Kolbadaky suwuklygyň göwrümini bellige çenli ýetirýärler we pugta (ykdjam) garysdyrýarlar. Titrlemek üçin emele gelen suzpenziýadan pipetka bilen 25 ml alyp, 250 ml konus görnüşli kolba geçirýärler, 2 g kaliý ýodidini we 15 ml kükürt kislotasynyň 4 g erginini goşýarlar. Garyndyny 5-7 min goýýarlar. Bölünip cykan ýody natriý tiosulfaty bilen titrleýärler.

Goý, 250 ml kolbada eredilen we tursy gursawda kaliý ýodidi bilen işlenilen 1,2116 g mukdardaky agardyjy hekiň çekimi alyndy diýip cak edeliň. Taýýarlanylýan erginiň 25 ml-i alyndy we bölünip cykan ýody titrlemek üçin natriý tiosulfatynyň 0,1036 N ergininden 23,50 ml harçlanyldy. Ilki bilen hlor boýunça natriý tiosulfatynyň titrini tapýarlar:

$$T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{0,1036 \cdot 35,45}{1000} = 0,003672 \text{ g/ml}.$$

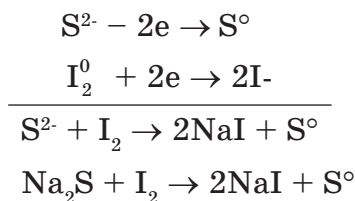
Diýmek, 1 ml natriý tiosulfatynyň ergini 0,003672 g hlora deň:

$$m(\text{Cl}) = T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{Cl}} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{250}{25} = 0,003672 \cdot 23,50 \cdot 50 \cdot 10 = 0,8629(\text{g}).$$

Dikeldijileri kesgitlemek

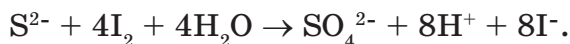
Tehniki natriý sulfidindäki N_{a2}S -iň mukdaryny kesgitlemek.

Ýodometriki usul bilen sulfid-ionlaryň kesgittenilişi olaryň ýod bilen erkin kükürde çenli okislenmegine esaslanan:



S^{2-} -ionlar örän güýçli dikeldijiler bolanlygy sebäpli ($E_{\text{O}}^{\text{S}^{2-}/\text{S}^0} = -0,48 \text{ w}$), täsirleşme çepden saga hakykatdan soňuna çenli geçýär.

Titrlmegi tursy gursawda geçirmek zerurdyr, sebäbi gowsak aşgarly gursawda S^{2-} ionyň SO_4^{2-} iona çenli bölekleýin okislenmegi bolup geçýär:



Titrlmegi göni we ters usul bilen geçirmek mümkin. Owradylan natriý sulfidiniň takyk çekimini (1 g çemesi) alýarlar, ony 250 ml ölçeg kolbada eredýärler. Titrlmek üçin pipetka bilen alnan erginiň 20 ýa-da 25 ml-ini alýarlar we

kolba geçirýärler. Soňra natriý sulfidiniň ergininiň üstüne titrlenen ýoduň ergininden artykmaç we duz kislotasynyň 10%-li ergininiň 8-10 ml-ini guýýarlar. Täsirleşmedik ýoduň artygyny natriý tiosulfatynyň ergini bilen titrleýärler. Emele gelen erkin kükürt titrlemäge päsgel bermeýär. Barlanylýan maddadaky natriý sulfidiniň mukdaryny %-de aňladýarlar.

Goý, 250 ml ölçeg kolbada eredilen 0,9282 g mukdar-da natriý sulfidiniň çekimi alyndy diýip çak edeliň. 25 ml öwrenilýän erginiň üstüne 0,1011 N ýod erginiň 40,00 ml-i goşulan. Ortaça 24,4 ml harçlanan, natriý tiosulfatynyň 0,1038 N ergini bilen ýoduň artykmaç mukdary titrlenen. Ilki bilen titrlemäge harçlanylan ýoduň haýsy (näçe) göwrümine natriý tiosulfatynyň 24,4 ml ergini laýyk gelýändigini anyklalyň:

$$24,4 \cdot 0,1038 = V \cdot 0,1011.$$

$$\text{Bu ýerden } V = \frac{24,4 \cdot 0,1038}{0,1011} = 25,05(\text{ml}).$$

Diýmek, natriý tiosulfaty bilen täsirleşen 40 ml ýoddan (40,00 – 25,05) 14,95 ml harçlanyldy. Natriý sulfidiniň ergininiň normallygy (kadalylygy) aşakdaka deň bolar:

$$N_{\text{Na}_2\text{S}} = \frac{0,1011 \cdot 14,95}{25} = 0,06046(\text{g-ekw/litr}).$$

250 ml natriý sulfidiniň ergininde (Na_2S çekiminde):

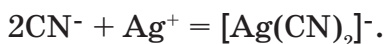
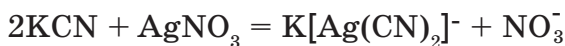
$$\frac{39,03 \cdot 0,06046 \cdot 250}{1000} = 0,5888 \text{ g Na}_2\text{S};$$

$$\frac{0,5888 \cdot 100}{0,9282} = 63,45(\%).$$

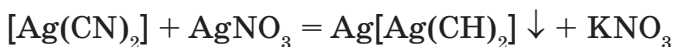
Şeýlelikde, barlanylýan maddadaky natriý sulfidiniň (Na_2S) mukdary 63,45%.

10.3 Kompleks emele gelmegi bilen geçýän täsirleşmeleri titrlmek

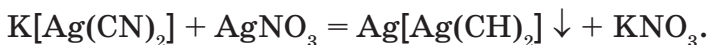
Kompleksometriýa titrlmek usuly Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Co^{3+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Al^{3+} , CN^- , PO_4^{3-} we başgada köp ionlary kesgitlemekde ulanylýar. Ol nusgasynyň işci-standart ergin bilen täsirleşmä girip kompleks birleşmäni emele getirmegine esaslanandyr. Muňa nusgawy mysal edip, sianid erginleriniň kümüş nitraty bilen titrlenmegini almak bolar: Ag^+ iony CN^- ionlary bilen berk kompleks ionyny emele getirýärler:



Titrlmegiň ekwiwalentlik nokadynda, sianid ionlarynyň hemmesi kompleks bilen birlesse, kümüş nitratynyň iň soňky damjasy kompleks iony bilen eremeýän birleşme emele getirýär:

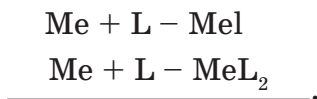


ýa-da molekulýar görnüşinde



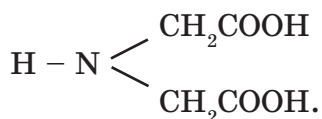
Ak çökündiniň emele gelmegi ekwiwalent nokadyna ýetilendigini görkezýär. Öňler bu usul giňden ulanylmaýardy, sebäbi kompleks birleşme başgaçak boýunça emele gelýär,

şoňa görä-de, şunuň bilen baglanyşykly stehiometrik koef-fisiýentli täsirleşmäniň bolmazlygy mümkin, ýagny muk-dar tarapdan kompleks emele getiriji bilen ligandyň (L) arasyndaky gatnaşygyň dürli bolmagy mümkin. Bu bolsa şu usulyň kemçiligidir.

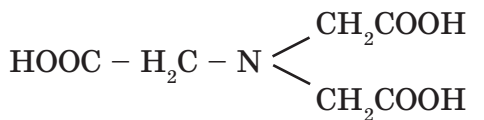


Emma 1945-nji ýylda Şweýsar himigi Gerold Şwarsenbah tarapyndan titrlemek üçin standart ergin hökmünde po-liaminokarbon kislotalaryny we olaryň önümlerini «kom-pleksonlary» hödürlemegi bu ýagdaýy üzül-kesil üýtgetdi. Şonuň üçin bu usul kompleksometriýa ýa-da helatometriýa ady bilen titrlemek usulynda giňden ulanylyp başlanyldy.

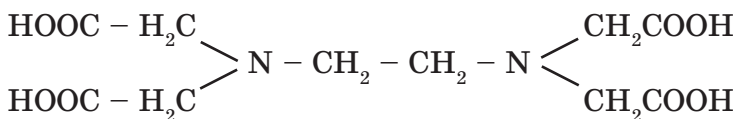
Kompleksonlar organiki birleşme bolup poliaminokar-bon kislotalarynyň wekilidir, olaryň iň ýönekeý wekili imi-nodiuksus kislotasdyr:



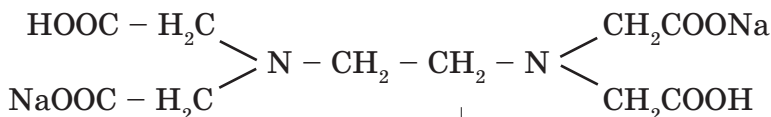
Esasan hem şu aşakdaky kompleksonlar giňden ýaý-randyrlar. Komplekson-1 nitriltriuksus kislotasy:



Komplekson II – etilendiamintetrauksus kislotasy:



Komplekson III (Trilon B) – etilendiamintetrauksus kislotasynyň iki natriý duzy (EDTA) has-da giňden ulanylýandyr:



gysgaldylan görnüşde şeýle ýazylýar: $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Tr}$ ýa-da $\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]$. Bu birleşmäni **trilon B** diýip hem atlandyrýarlar.

EDTA dört protonly $\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]$ gowsak kislotanyň häsiýetini ýüze çykarýar:

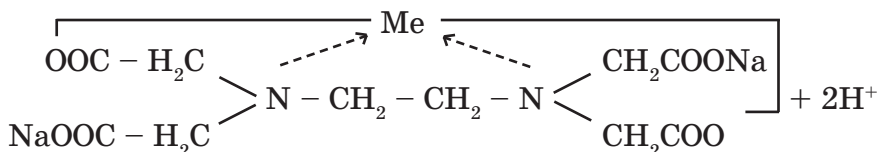
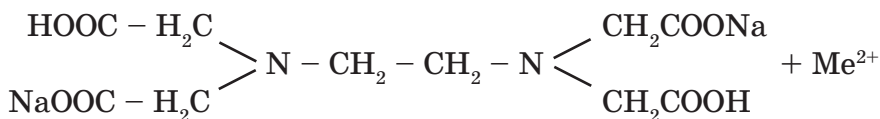
$$K_1 = 1,0 \cdot 10^{-2}; K_2 = 2,1 \cdot 10^{-3}; K_3 = 6,9 \cdot 10^{-7}; K_4 = 5,5 \cdot 10^{-11}.$$

Güýçli tursy gursawynda $\text{pH}=1\ldots 3$ bir ýa-da iki azotyň wodorod bilen birleşmegi esasynda kation kislotalarynyň H_6Tr^{2+} we H_5Tr^+ emele gelmegi mümkindir. Olaryň hemişelikleri $2,5 \cdot 10^{-2}$ we $1,3 \cdot 10^{-1}$ -e deňdir. Erginiň tursulygyna baglylykda ligandyň az ýa-da köp derejede wodorod bilen birleşmegi mümkindir we şu formalaryň bir görnüşinde bolup biler: H_6Tr^{2+} ; H_5Tr^+ ; H_4Tr^- ; H_2Tr^{2-} ; HTr^{3-} ; Tr^{4-} .

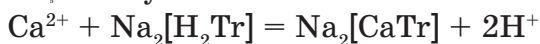
EDTA özüniň düzüminde karboksil toparyndan $-\text{COOH}$ başga-da üçünji aminotoparyny $-\text{N}-$ saklaýar. Şoňa görä-de ol diňe dürli kationlar bilen duz emele getirmän, ol kompleks birleşmelerini hem emele getiriji maddadyr. Ol köp kationlar bilen berk we suwda ereýän içki kompleks duzларыny emele getirýär. EDTA özüniň düzüminde 6 funksional toparyny saklaýar. Şolaryň dördüsi karboksil we ikisi hem aminotoparlardyr. Şoňa görä-de, berk içki kompleks duzlar emele gelyändir. Bu duzларыň emele gelmegi üçin karboksil toparyň düzümindäki wodorod atomynyň ornuny metal tutýar we sol bir wagtyň özünde metal aminotoparynyň azoty

bilen koordinasion baglanyşyk bilen baglanyşýar.

Meselem, iki walentli kationyň (Me^{2+}) EDTA ýa-da trilon B bilen reaksiýasyny şeýle çyzgy görnüşde ýazmak bolar:

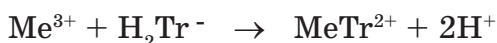
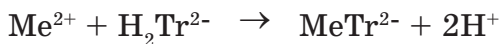


Ýa-da gysgaldylan görnüşde Ca^{2+} kationy bilen şeýle täsirleşmäni ýazmak bolar:



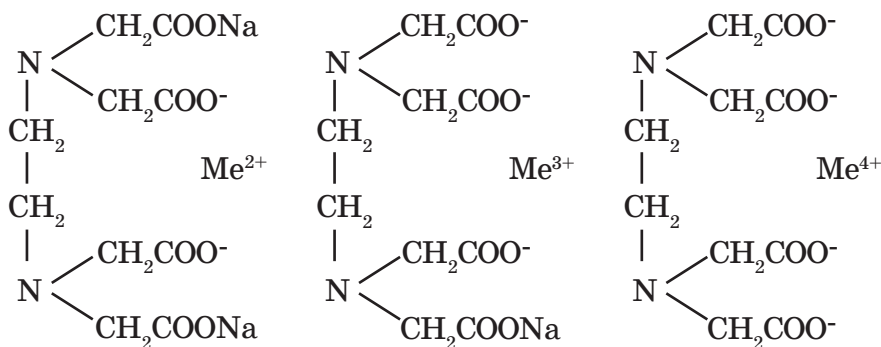
bu ýerde $[\text{H}_2\text{Tr}]^{2-}$ trilon B anionydyr.

Metallaryň ionlary dürli okislenme derejesine garamazdan trilon B bilen titrlenende şeýle täsirleşmeleri berýärler:



Şu täsirleşmelerden görnüşi ýaly dürli okislenme derejeli kationlar bilen trilon B-niň diňe bir molekulasy reaksiýa girýär. Olaryň birleşme gatnasyklary, ýagny deňagramlylyk stehiometrik koeffisiýenti 1:1, şoňa görä-de, trilon B we metal ionynyň ekwiwalent faktory bire deň bolar.

Şeýlelikde, emele gelýän kompleksler biri-birlerinden özlerriniň zarýadlarynyň ululyklary bilen tapawutlanýarlar. Täsirleşmäniň netijesinde emele gelen önümler üçin Şwarsenbah şeýle gurluş formulasyny hödürleýär.



Trilon B himiki analizde giňden ulanylyp başlandy, sebäbi käbir kationlar Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} başga kompleks emele getirijiler bilen kompleks birleşmelerini emele getirýärler. Bularдан başga-da Co^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Al^{3+} , CN^- , PO_4^{3-} we başga ionlary kesgitlemek üçin hem giňden ulanylýar.

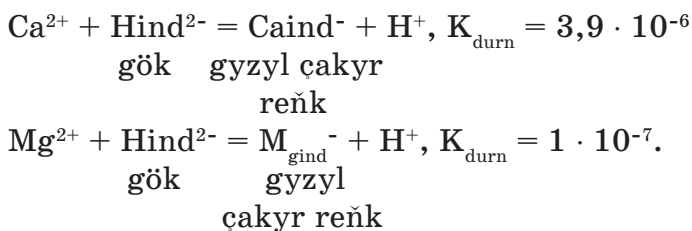
Trilon B-niň çekim agramy boýunça birinji standart erginini taýýarlamak bolýar. Mundan başga-da, trilon B-niň titrini kalsiý hlorigiň ýa-da magniý sulfatyň fiksonalynda taýýarlanylýan erginleri bilen standartlaşdyrmak bolýar. Esasan, trilon B-den dürli goýulykly standart erginlerini (0,1:0,05:0,01N) taýýarlaýarlar.

$$N_{\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]} = \frac{Mr_{\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]}}{2} = \frac{372,2}{2} = 186,1.$$

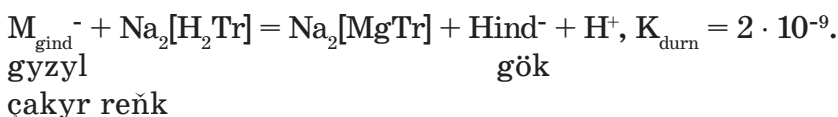
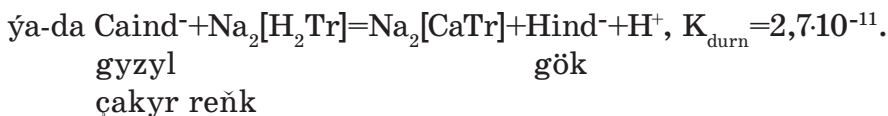
Kompleks birleşmeleriň berkligine pH gursaw täsir edýär. Meselem, Ca^{2+} , Mg^{2+} kompleksleri diňe aşgar gursawynda durnuklydyr. Berkiräk kompleks birleşmäni emele getirýän ionlary Zn^{2+} , Pb^{2+} orta tursy gursawda we Fe^{3+} , Mn^{2+} ionlaryny güýçli tursy gursawda titrlemek bolýar. Titrlemegiň netijesinde pH gursawy üýtgeýär, sebäbi reaksiýanyň netijesinde H^+ iony bölünip cykýar. Şoňa görä-de reaksiýanyň deňagramlylygy tersine tarap gaýtmar ýaly titrlemekliki bufer ergininiň gatnaşmagynda geçirilýär.

Kompleksonometriýa titrlemek usulynyň ulanylyşy

Kompleksonometriýa suwuň talhlygyny kesgitlemekde giňden ulanylýar. Ammiak bufer ergininde (pH≈10) suwuň düzümindäki Ca^{2+} we Mg^{2+} kationlaryny trilon B bilen berk kompleks birleşmä öwürýärler. Indikator hökmünde hromogen ulanylýar. Bu kationlar ilki bada kompleks anionlaryny emele getirýärler:



Haçanda trilon B bilen titrlenende bu kompleksler dargap, olaryň ýerine Ca^{2+} we Mg^{2+} ionlar emele gelýär we trilon B bilen berk kompleks birleşmeleri emele getirýärler:



Bu kationlaryň indikator bilen emele getiren kompleksleriniň hemişelikleriniň durnuklylygy, metal ionlarynyň trilon B bilen emele getiren hemişeliklerinden has uludyr. Şoňa görä-de, olar trilon B bilen titrlenende dargaýarlar. Erginde, indikatoryň anionynyň köpelmegi sebäpli ekwiwalent nokadynda gyzyl-çaky reňkden gök reňke öwürülýär.

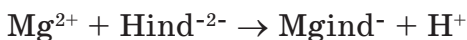
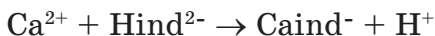
Suwuň talhlygyny bu usul bilen kesgitlemäge Cu^{2+} , Zn^{2+} we Mn^{2+} ionlary päsgel berýärler. Suwa $1 \text{ sm}^3 \sim 2 \%$ -li

(NH₃OH)Cl (hlorturşy gidroksilamin) erginini goşýarlar. Bu bolsa magniý Mg²⁺ ionyny howadaky kislород bilen okislendirmeýär.

Kompleksonometriýa titrlemek usuly topragyň düzümindäki kalsiý Ca²⁺ we magniý Mg²⁺ ionlary saklaýan duzlaryny kesgitlemek üçin ulanylýar. Kaliý dökünleriniň düzümindäki magniniň garysygyny kesgitlemekde ulanylýar. Bulardan başga-da, bu usul topragyň, ösümlikleriň düzümindäki mikroelementleri kesgitlemekde we başga himiki tejribelerde geçirilýän analizler üçin giňden ulanylýar.

Suwuň umumy talhlygyny kesgitlemek

Suwuň talhlygy kalsiniň we magniniň 1 litr suwdaky milligram-ekwiwalent sany bilen aňladylýar. Indikator bolup, köplenc, hromogen gara ulanylýar. Ammoniý bufer garyndysyny pH=10 bolýança goşýarlar we Trilon B ergini bilen titrleýärler:



$$K_{\text{d-syz}} \text{CaInd}^- = 3,9 \cdot 10^{-6}$$

$$K_{\text{d-syz}} \text{ we } [\text{CaTr}]^{2-} = 2,7 \cdot 10^{-11}$$

$$K_{\text{d-syz}} \text{MgInd} = 1 \cdot 10^{-7}$$

$$K_{\text{d-syz}} \text{ we } [\text{MgTr}]^{2-} = 2 \cdot 10^{-9}$$

Ca-nyň we Mg-niň Trilon B bilen durnuksyzlyk K hemişeliginiň olaryň indikatorlar bilen emele getirýän komplekslerinden örän köp kiçidigini göz önünde tutup, soňkularyň bozulýandygyna (dargaýandygyna) göz ýetirýäris:



Goýy-gyzyl

gök



Goýy-gyzyl

gök

Erginiň gök reňke geçmegi täsirleşmäniň doly tamamlanandygyny aňladýar.

Suwuň umumy talhlygy (I) formula bilen hasaplanylýar:

$$t = \frac{N_{N_2[H_2Tr]} \cdot V_{Na_2[H_2Tr]}}{V_{H_2O}} \cdot 1000. \quad (I)$$

Bu ýerde $N_{N_2[H_2Tr]}$ – trilon B erginiň normallygy, $V_{Na_2[H_2Tr]}$ – titrlemäge harçlanan işçi ergin, Trilon B-niň göwrümi (ml-de), titrlemek üçin alnan suwuň göwrümi (ml). Eger 100 ml analiz edilýän suwy titrlemäge 0,0982 N trilon B erginden 6,5 ml giden bolsa, onda

$$t = \frac{0,9882 \cdot 6,5}{100} \cdot 1000 = 6,383(\text{mg-ekw/l}). \quad (II)$$

Talhlygy t harpy bilen aňladylýar.

Topragyň nusgasynyň suwundan (suwly nusgasyndan) kalsiý we magniý ionlaryny kesgitlemek.

Toprak suwunda bilelikde saklanylýan Ca^{2+} we Mg^{2+} ionlaryny kompleksometriýa usuly bilen kesgitlemek mümkindir.

Bu usulyň düýp manysy ilki bilen Ca^{2+} we Mg^{2+} ionlarynyň bilelikdäki saklanylýan mukdaryny kesgitlemekden ybaratdyr. Ol topragyň suwy hromogen gara indikatorynyň gatnaşmagynda Trilon B bilen titrlenilýär. Soňra diňe Ca^{2+} ionynyň saklanylýan mukdary kesgitlenilýär. Ol topragyň suwuny mureksid indikatorynyň gatnaşmagynda Trilon B ergini bilen titrläp tapylýar. Hasaplanyp tapylan bu iki netijeleriň (bahalaryň) tapawudy bolsa Mg^{2+} ionynyň saklanylýan mukdaryny görkezýär.

Toprakdan suwly ergin taýýarlamak.

Howada guradylan gury topragy sokuda owradyrlar

we gözenegi 1mm diametr deşikli elekden eleýärler, ondan 50 gram çekimi litrlik kolba salýarlar, üstüne 500ml gaýnadylan distillirlenen suwy guýýarlar, dyky bilen ýapýarlar we 3-5 minutyň dowamynda silkeleýärler. Alnan ergin uly guýguja salnan eplenilen süzgüç kagyzynda süzülýär. Eger süzündi bulançak bolsa, ony gaýtalap süzmeli we süzülende şol öňki süzgüçden geçirilýär. Pipetka bilen 50 ml topragyň suw nusgasyndan alynýar, oňa ammoniý bufer garyndysyndan 5 ml we hromogen gara indikatoryndan 25-30 mg goşulýar we 0,05 N Trilon B ergini bilen titrlenilýär. Titrlleme erginiň goýy gyzyň reňki gök reňke geçen dessine tamamlanylýar. Titrlleme azyndan üç gezek gaýtalanyp ortaça baha alynýar.

Ca²⁺-niň we Mg²⁺-niň 100 g toprakda ýa-da şoňa deň bolan 1000 ml erginde bilelikdäki saklanýan mukdary hasaplanýar:

$$m_{(Ca^{2+} + Mg^{2+})} = \frac{N_{Na_2[Na_2Tr]} V_{Na_2[H_2Tr]}}{V_{topraksuwy}} \cdot 1000.$$

Bu ýerde $N_{Na_2[Na_2Tr]}$ -Trilon B erginiň normallygy, $V_{Na_2[Na_2Tr]}$ -Trilon B işçi erginiň titrllemäge harçlanan göwrümi (ml), $V_{toprak suwy}$ -titrllemäge alnan topragyň suwy, suw nusgasynyň göwrümi (ml).

Kalsiniň mukdaryny hasaplamak.

Öňdäki işde hasaplanylşy ýaly titrllemek üçin kolba 50 ml toprak suwunyň nusgasyndan salynýar we 2N NaOH ergininden 2,5 ml goşýarlar, NaCl bilen garysdyrylan mureksid indikatoryndan 30-40 mg goşup, 0,05 N Trilon B ergini bilen titrlenip başlanylýar. Titrlleme 2-3 minut wagt aralygynda ölçemýän gök-melewşe reňk peýda bolýança dowam etdirilýär.

Titrlleme 2-3 gezek geçirilip, aralyk baha alynýar. Hasaplamasy öňdäki işde bolsy ýaly 100 g toprakdaky Mg-niň saklanýan mukdary hasaplanylanda onuň kalsiý bilen bilelikdäki saklanýan mukdaryndan ugur alynýar.

$$m(\text{Mg}^{2+}) = m(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) - m(\text{Ca}^{2+})$$

10.4 Çöküncü emele gelmege bilen geçýän titrleme usuly

Titrlemegeň ekwiwalent nokadyny kesgitlemek emele gelen çökündiniň häsiýetine we ekwiwalent nokadynda çöküncü emele getirýän ionlaryň biriniň konsentrasiýasynyň üzüň-kesil üýtgemegine esaslanandyr. Çökürme titrlemek usulynda ekwiwalent nokadyny kesgitlemegeň birnäçe usullary bar. Şolaryň esasy iki usullary tablisada görkezildi.

Usulyň takyklygy analiz edilýän ionyň doly çökürmegine we ekwiwalent nokadynyň takyk tapylmagyna bagalydyr. Çökürme titrleme usulynda adsorbsiýa hadysasy ýüze çykýandyr, şoňa ýol bermeli däl, sebäbi çökündini düzüň ionlaryň özi hem sorulýar we oňa gözgeçilik etmelidir.

Meselem: kaliý ýodidiniň erginine kümüş nitraty AgNO_3 goşulanda erginde K^+ kaliý, NO_3^- nitrat we J^- ýodid ionlaryň barlygyna garamazdan emele gelen çöküncü kümüş ýodidi $-\text{AgI}$ esasy J^- -ýodid ionlaryny özüne sorýar, eger kümüş nitraty agdyklyk etse, onda kümüş $-\text{Ag}^+$ ionlary sorulyp alynýar.

Wagtyň geçmege bilen çöküncü garalýar, könelýär we ýokarky gatlagynyň özüne sorujylyk ukyby peselýär. Çöküncü bilen sorulýan ionlar täsirleşmä gaty kynlyk bilen gatnaşýarlar, ol bolsa ýalňyslyklary döredýär. Titrleme usulyndan adsorbsiýany azaltmak üçin haýal titrlemege, ekwiwalent nokadyna ýakynlaşanda örän haýal titrlemek maslahat berilýär. İşçi erginiň her bir damjasy goşulandan soň ergin ýeterlik garylmaladyr. Peaktiwleriň haýal goşulmagy we güýçli garylmagy (bulanmagy) erginiň öte doýmagynyň önüni alýar we reaktiwini adsorbirlenen ionlar bilen täsir edişmelerini gazanýar we işçi erginiň indiki täze damjasy goşulanda çökündiniň dargamagy gazanylýar.

Çökdürme titrleme usullarynyň toparlara bölünşi (klassifikasiýasy)

Şu usulda ekwiwalent nokady indikatorly we indikator-syz anyklanylýar. Indikatorlar iki topara bölünýär.

1. Reagent-indikatorlar

2. Adsorbsiýalaýyn – sorujy indikatorlar

1. **Reagent indikatorlar (kaliý hromaty).** Demir amoniý zägi, olaryň täsiriniň mazmuny analiz edilýän maddalar bilen bir hatarda işçi erginler bilen reaksiýa girip çökündi ýa-da reňkli ergin emele getirýänligindedir. Emele gelen çökündiniň ýa-da erginiň reňki esasy anyklanýan maddanyň emele getirýän çökündisiniň ýa-da erginiň reňkinden üýtgesikdir. Reňk üýtgesikliginden başga-da çökündiniň ereýjiligi esasy çökündiniň ereýjiligidin gaty ýokary bolmalydyr.

Meselem:

AgCl – ak çökündi, $EKH_{AgCl} = 1,1 \cdot 10^{-10}$

AgBr-sary çökündi, $EKH_{AgBr} = 7,7 \cdot 10^{-13}$

Ag₂CrO₄-gyzyl çökündi, $EKH = 9 \cdot 10^{-12}$.

Şu birleşmeleriň doýan erginlerinde ionlaryň konsentrasiýasy aşakdakylara deňdir:

$$[Ag^+] = [Cl^-] = \sqrt{1,1 \cdot 10^{-10}} = 1,05 \cdot 10^{-5}(\text{g - ion/l});$$

$$[Ag^+] = [Br^-] = \sqrt{7,7 \cdot 10^{-13}} = 8,8 \cdot 10^{-7}(\text{g - ion/l});$$

$$\frac{[Ag^+]}{2} = [Cr_2O_4^{2-}] = \sqrt[3]{9 \cdot 10^{-12}} = 2,1 \cdot 10^{-4}(\text{g - ion/l});$$

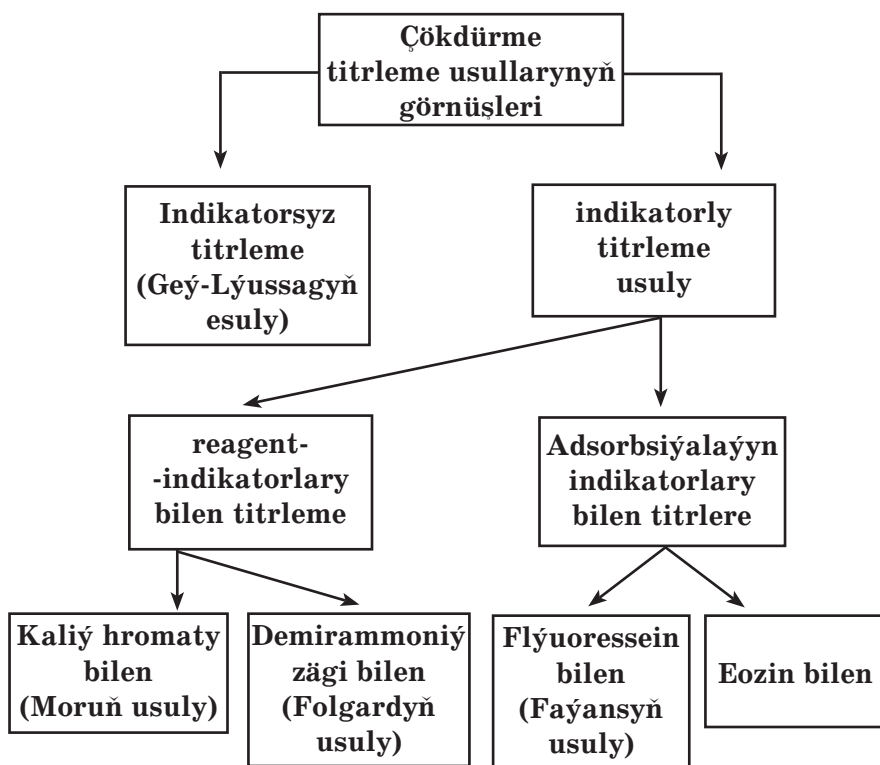
Netijede, hlorid Cl⁻ we [CrO₄²⁻] hromat ionlarynyň garysýgynda işçi ergin kümüş nitraty – AgNO₃ goşulanda ilki AgCl – kümüş hloridiniň ak çökündisi çöker we hlorid Cl⁻ ionlarynyň konsen-

trasiýasy $1,05 \cdot 10^{-5}$ g-ion/l den bolansoň, soňky küküş nitraty AgNO_3 gosulan işçi ergini küküş hromatynyň – Ag_2CrO_4 gyzyň çökündisini çökdürýär.

2. Adsorbsiýalaýyn indikatorlary (flýuoressein, eozin).

Ekwiwalent nokadynda indikatorlar çökündiniň ýokarsyna sorulýar (adsorbirlenýär) we oňa degişli mahsus reňki berýär. Şu indikatorlar esasy çökündi reňksiz bolan ýagdaýynda ulanylýar.

Çökdürme titrleme usullarynyň görnüşleriniň shemasy

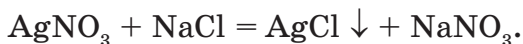


Usullar barada düşünje.

Moruň, Folgardyň we Faýansyň usullary iň köp we giňden ulanylýarlar. Şularyň hemmesi bilen şol bir mesele hlorid Cl^- ionynyň mukdarynyň kesgitlenmesine seredeliň:

Geý-Lýussagyň usuly

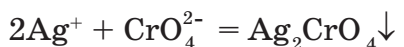
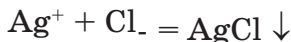
Analitiki - göwrüm analizinde Geý-Lýussak ilkinji bolup çökdürme reaksiýasyny ulanýar:



Ekwiwalent nokady işçi erginden goşulan soňky damjadan çökündiniň emele gelmegi gutarandan soň kesgitlenilýär. Ýagny soňky damja önündäki işçi erginiň damjasynyň emele getiren çökündisi kolbanyň düýbüne çöküp, onuň ýokarsyndaky ergin durlanandan soň goşulýar. Şu usulda gaty köp wagt sarp edilýär. Ol gaty tursy we reňkli erginler üçin ulanylýar.

Moruň usuly. Bu usul boýunça hlorid iony kümüş nitraty AgNO_3 bilen kaliý hromaty indikatorynyň K_2CrO_4 gatnaşmagynda titrlenilýär. Titrlämäniň soňy hlorid Cl^- ionlaryň hemmesi çökündä geçip, soňky damjadan gyzylymytyl-goňur çökündi bolan kümüş hromatynyň emele gelmegi bilen gutarýar.

Täsirleşmäniň himiki deňlemesi:



Moruň usuly, esasan, hloridleri we bromidleri kesgitlemekde ulanylýar. Ol kümüş bilen kyn ereýän birleşmeleri emele getirýän başga ionlaryň, meselem: PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, S, şeýle hem hromat CrO_4^{2-} – iony bilen kyn ereýän çökündi emele getirýän, meselem: Ba^{2+} , Pb^{2+} we ş.m ionlar gatnaşan ýagdaýynda hem ulanylýar. Titrleme geçirilende gursaw aram ýa-da gowsak aşgar (pH=7-10) bolmalydyr. Kislotada kümüş hromatynyň Ag_2CrO_4 çökündisi ereýär. Aşgar gursawda kümüş nitraty aşgarlar bilen täsirleşýär. Titrleme otag temperaturasynda geçirilýär, sebäbi temperaturanyň

ýokarlanmagy bilen kümüş hromatynyň ereýjiligi artýar we K_2CrO_4 indikatoryň (kaliý hromatynyň) duýujylygy peselýär.

Folgardyň usuly (rodanometriýa usuly)

Analiz edilýän nusga erginden ölçenilip alnan göwrümi belli ergine göwrümi takyk ölçenilen titrlenenden kümüş nitratynyň $AgNO_3$ ergininden goşulýar. Kümüş nitratynyň $AgNO_3$ göwrümi we mukdary hlorid Cl^- ionyny doly çökdürmek üçin hasaplanylman, ol gerekinden has köp bolmalydyr. Soňra kümüş nitratynyň $AgNO_3$ artykmajyny ammoniý rodanidiniň ergini bilen titrleýärler. Titrleme tursy gursawda demir-ammoniý zägininiň $NH_4[Fe(SO_4)_2] \cdot 12H_2O$ indikatorynyň gatnaşmagynda geçirilýär. Şonda şeýle himiki täsirleşme geçýär:



Folgardyň usuly tursy gursawdaky erginleri titrlemekde ulanylýar. Bu usul erginde rodanid SCN^- ionlary bilen kyn ereýän birleşmeleri emele getirýän kationlar Hg^{2+} , Cu^{2+} gatnaşanda, şeýle hem ionlary dargadýan - $SCN^-(MnO_4^-)$ okislendirijiler gatnaşanda ulanylýar. Dürli splawlary azot kislotasy bilen iśläp, düzümindäki kümsüň mukdaryny kesgitlemekde ulanylýar.

Faýansyň usuly (adsorbsiýalaýyn indikatory bilen titrlemek). Usul çökündileriň özüne ionlary saýlap sorup almak ukybyna esaslanýar. Eger Cl^- -iony kümüş nitraty bilen (flýuoresseiniň gatnaşmagynda) titrlense:



Kümüş hloridiniň çökündisi ilki bilen erginden şol çökündä ýakyn meňzes we agdyklyk edýän ionlary çekip alýar – adsorbirleýär. Titrlemäniň başynda erginde hlorid Cl^- ionlary artykmaç bolup, kümüş hloridiniň çökündisine adsorbirlenýär (sorulýar) we onuň zaryady otrisateldir (-).

Ekwiwalent nokadyna ýetilende kümüş Ag^+ ionyň

konsentrasiýasy hlorid Cl^- ionynyň konsentrasiýasy bilen deňleşýär. Şol wagt olaryň ikisi hem deň güýç bilen sorulýarlar. (Ag-Cl) we kümüş hloridiniň kolloid bölejikleri bitarap bolýarlar we koagulirlenýärler. Ergin durlanýar. AgNO_3 kümüş nitratynyň artykmaçlygynda çökündi özüne eýýam kümüş Ag^+ ionyny sorýar we položitel (+) zarýadlanýar.

Şeýlelikde, biz şeýle netije çykaryp bileris, ýagny titrlemek döwründe çökündiniň bölejikleriniň zarýadlary üýtgeýär. Bu üýtgemeklik izoelektrik nokadynyň üstünden geçýär. Bu nokatda çökündiniň bölejikleriniň zarýady nula deň bolýar. Diňe ekwiwalent nokatda çökündi artykmaç Cl^- we Ag^+ ionlaryny saklamaýar we özüne degişli AgCl formulasyna dogry gelýär. Titrlemekde izoelektrik hadysasy birnäçe ýalňyslyklaryň döremegine sebäp bolup biler.

Flýuorressein indikatoryny ulanmak üçin onuň 70%-li spirtdäki 0,1%-li erginini taýýarlaýarlar.

Diýmek, ekwiwalent nokady ýakynlanda çökündiniň üsti otrisatel zarýadlanýar. Flýuorressein tursy häsiýetli organiki reňkleýji, gerek aniony güýçli reňklenenligi sebäpli AgCl çökündisinde anionyň adsorbsiýasy (sorulmagy) bolýar. Netijede, çökündi öz reňkini üýtgedýär, ol bolsa täsirleşmäniň gutaranlygyny görkezýär. Faýansyň titrleme usuly esasy dürli tehniki we tebigy önümlerde Cl^- ionyny kesgitlemekde, duzly, tursy kölleriň we suwlaryň düzümi analiz edilýän giňden ulanylýar.

Kümüş nitratynyň erginini taýýarlamak hem-de Moruň usuly bilen titrini tapmak

K_2CrO_4 indikatoryny ulanyp, NaCl -di kümüş nitratynyň AgNO_3 ergini bilen titrlenýär. Titrlemegi sary reňkden bulanyk gyzyla geçen wagty gutarmaly; işçi ergin bolan kümüş nitratyny himiki arassa görnüşde taýýarlaýarlar. Ýöne kümüş nitratynyň ergininiň titri wagtyň geçme-gi bilen üýtgeýär. Şonuň üçin hem wagtal-wagtal kümüş

nitratynyň AgNO_3 erginini himiki arassa natriý hloridiniň titrlenlen ergini bilen barlamaly. Kümüş nitratynyň ekwiwalent massasy 169,9-a deň. Şeýlelikde, 0,1 N 250 ml ergin taýýarlamak üçin nazary agram aşakdaka deň bolmaly:

$$m_{\text{AgNO}_3} = \frac{169,9 \cdot 205 \cdot 0,1}{1000} = 4,2475 \text{ (g) AgNO}_3.$$

Býuksyň başky agramy alnanda tehniki terezini ulanyrlar. Mukdar taýdan takyk çekilip alnan duzy NaCl - maddany guýguyň kömegi bilen göwrümi ölçegli kolba geçirip garysdyrýrlar we titrini tapýrlar.

Titriň kesgitlenilişine yzygiderli seredeliň.

Natriý hloridiniň NaCl 250ml 0,1N erginini taýýarlamak üçin gerek mukdaryny hasaplamaly (nazary taýdan):

$$m_{\text{NaCl}} = \frac{58,44 \cdot 0,1 \cdot 205}{1000} = 1,4612 \text{ (g) NaCl}.$$

Şundan soň natriý hloridiniň hasaplanan mukdaryna ýakyn bolan agramy almaly. Mukdar taýdan ýitgisiz ony guýguyň kömegi bilen ölçegli kolba geçirmeli, yzygider bulaşdyrmaly we sonuň esasynda alnan nusga erginiň normallygyny hasaplamaly. Kümüş nitratynyň ergininiň titrini tapmaly. Munuň üçin pipetka bilen 25 ml NaCl erginden alyp, onuň üstüne, takmynan, 1 ml K_2CrO_4 -kaliý hromatynyň 5% -li erginini goşmaly. Kümüş nitratynyň ergini bilen titrlemeli: Titrlenende kolbany çaltlyk bilen bulaşdyrmaly, haçanda çökündiniň sary reňki kümüş nitratynyň soňky bir damjasyndan gyzylymtyl reňke geçende titrlemegi tamamlamaly. Titrlemegi üç gezek geçirip, orta bahasyny almaly. Geçirilen titrlemäniň esasynda AgNO_3 ergininiň normallygyny adaty usul boýunça hasaplamaly.

$$1) N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} = N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}$$

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}} = g - \text{ekw-l};$$

$$2) T_{\text{AgNO}_3} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot E_{\text{AgNO}_3}}{1000} = g/\text{ml}$$

$$m_{\text{AgNO}_3} = T_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} = g$$

sonra düzediş koeffisiýentini hasaplamaly:

$$K_{\text{NaCl}} = \frac{m}{V \cdot 0,005844}.$$

Bu verde K_{AgNO_3} -kümüş nitratynyň düzediş koeffisiýenti, $m=1,46$ gram NaCl-dan çekilip alnan mukdary. $V=0,1$ N AgNO_3 – kümüş nitratynyň titrlemäge harçlanan mukdary, (göwrümi 19,1ml), $T(\text{NaCl}) = 0,005844$ g/ml.

Tejribede alnan bahalary ýerine goýup tapýarys:

Alynan 20 ml natriý hloridiniň NaCl massasyny tapýarys:

$$250 - 1,46$$

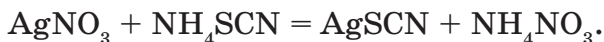
$$20-x$$

$$x = \frac{20 \cdot 1,46}{250} = \frac{2,92}{25} = 0,1175 \text{ g.}$$

$$K_{\text{AgNO}_3} = \frac{0,1175}{0,005844 \cdot 19,1} = 1,0473.$$

**Ammoniy rodanidiniň erginini taýýarlamak
we onuň titrini kesgitlemek**

Rodanometriýa esasynda kümüş galogenidlerini kesgitlemek Folgardyň usuly boýunça şu himiki reaksiýa esaslanan:



Indikator bolup Fe^{3+} demir iony hyzmat edýär we ulanylýar. Işçi ergin kümüş nitratynyň titri (T) AgNO_3 himiki arassa (h.ç.) natriý hloridinden taýýarlanylýan ergin arkaly takyklanylýar hem-de kesgitlenilýär. Soňra ammoniý rodanidiniň NH_4SCN ergininiň titri konsentrasiýasy belli bolan kümüş nitratynyň ergini bilen kesgitlenilýär. Sebäbi ammoniý rodanidiniň NH_4SCN standart erginini takyk çekilip alnan duzdan taýýarlamak mümkin däl. Şol sebäpli ilki bilen tehniki terezide çekilýär we bellibir göwrümde erdirlýär, soňra ammoniý rodanidiniň NH_4SCN ergininiň titri konsentrasiýasy belli kümüş nitraty bilen takyklanylýar.

250ml 0,1N ammoniý rodanidini NH_4SCN taýýarlamak üçin ilki gerek mukdary hasaplanylýar: ($\mathfrak{E}_{\text{NH}_4\text{SCN}} = 76,15$).

$$N_{(\text{NH}_4\text{SCN})} = \frac{76,15 \cdot 250 \cdot 0,1}{1000} = 1,904(\text{g}).$$

$$m = \mathfrak{E} \cdot V(\text{titrlemä alnan göwrüm}) \cdot N = 76,15 \cdot 250 \cdot 0,1 = 1,904 (\text{g}).$$

Ammoniý rodanidiniň NH_4SCN hasaplanan mukdaryny býuksda çekip alynýar. Güýguç bilen çekim bölegi kolba geçirilýär, býuksy we guýgujy suw bilen çaykap kolba geçirilýär, kolbanyň belligine –halkasyňa çenli distillirlenen suw bilen doldurylýar we bulaýarlar-çaykaýarlar. Soňra ammoniý rodanidiniň NH_4SCN titrini kümüş nitratynyň belli konsentrasiýasynyň ergini bilen kesgitleýärler. Býuretkä ammoniý rodanidiniň ergininden doldurylýar. Düybi düz kolba pipetka bilen 25 ml kümüş nitratynyň işçi (konsent-

rasiýasy belli) ergininden guýulýar, oňa 100 ml distillirlenen suw, soňra 2 damja konsentirlenen azot kislotasyny (gidrolizi ýatyrnak üçin) we 1 ml $\text{NH}_4[\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ -dan goşulýar.

Ekwiwalent nokadyna ýakynlanda erginiň reňki mämişi – gyzyl bolýar, ekwiwalent nokadynda bolsa goňur-gyzyl bolýar. Harçlanan erginiň mukdary boýunça ammoniý rodanidiniň NH_4SCN titri hasaplanylýar.

$$1) N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} = N_{\text{NH}_4\text{SCN}} \cdot V_{\text{NH}_4\text{SCN}};$$

$$2) N_{\text{NH}_4\text{SCN}} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3}}{V_{\text{NH}_4\text{SCN}}} = \text{g-ekw/l};$$

$$3) Y_{\text{NH}_4\text{SCN}} = \frac{\vartheta_{\text{NH}_4\text{SCN}} \cdot N_{\text{NH}_4\text{SCN}}}{1000} = \text{g/ml};$$

Soňra ammoniý rodanidiniň düzediş koeffisiýentini hasaplamaly:

$$K_{\text{NH}_4\text{SCN}} = \frac{V_1 \cdot K_1}{V}.$$

Bu ýerde V_1 -0,1 N kümüş nitratynyň ergininden titrlemek üçin alnan göwrümi (ml), K_1 -kümüş AgNO_3 ergininiň öňdäki işde tapylan düzediş koeffisiýenti, V -ammoniý rodanidiniň ergininden titrlemäge harçlanan göwrümi - ml.

Temperaturanyň üýtgemegi uly bolmasa, onda NH_4SCN ergininiň titrini 1 ýylda bir gezek barlansa-da ýeterlik.

1. Kislota-aşgar indikatorlar;
2. Okislenme - gaýtarylma indikatorlary;
3. Kompleks emele getiriji titrlemesinde ulanylýan indikatorlar.
4. Çökdürme titrlemesinde ulanylýan indikatorlar

we ş. m. olardan birnäçe görnüşidir.

Alymlar indikator barada köp işler geçiripdirler. Indikatorlar baradaky nazaryýet Arreniusyň elektrolitik dissosiasiýa nazaryýetinden 7 ýyldan soň Ostwald tarapyndan 1894-nji ýylda açyldy.

Bu nazaryýete görä, indikatorlar gowşak organiki däl we organiki maddalar bolup, olaryň dissosirlenmedik molekulasy bir reňkde, ionlary bolsa başga reňkdedir. Bu nazaryýete ion nazaryýeti diýilýär.

Tehniki nahar duzundan Moruň usuly boýunça hlorid Cl ionyny kesgitlemek

Duzlaryň erginlerinden hlorid Cl^- ionlary kesgitlemek göni titrlemä esaslanýar. Duzuň nusgasyndan taýýarlanylýan ergini kaliý hromaty indikatorynyň gatnaşmagynda kümüş nitraty bilen titrlenilýär.

250 ml 0,1 N nahar duzunyň erginini taýýarlalyň. Nazaryýet taýdan almaly mukdary çekip, massa mukdaryna, takmynan, ýakyn edip, terezide natriý hloridinden NaCl çekip alyň. Goý, siziň çekip alan massaňyz 1,4790 g-a deň diýeliň. Onuň hemmesini 250 ml ölçegli kolba guýguç bilen geçirmeli. Duz suwda eränden soň gowy çaykamaly we kolbanyň halka belgisine çenli distillirlenen suwdan doldurmaly, gowy garyşdyrmaly.

Taýýarlanylýan nahar duzundan pipetka bilen 25,00 ml-i düýbi düz kolba almaly, oňa 1ml 5% -li kaliý hromatynyň K_2CrO_4 ergininden goşmaly we titri belli kümüş nitratynyň ergini bilen azyndan 3 gezek titrlemeli. Titrlemäni çökündili erginiň sary reňki bir damja kümüş nitratynyň ergininden goşulanda gyzyň reňke geçen wagty gutarmaly.

Eger titrlemäge 0,1026 N kümüş nitratynyň AgNO_3 ergininden 24,20 ml harçlanan bolsa, onda alnan nusgadaky hloruň saklanýan mukdaryny hasaplaýarys:

$$N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} = N_{\text{NaNO}_3} \cdot V_{\text{NaCl}};$$

$$2) N_{\text{NaCl}} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3}}{V_{\text{NaCl}}} = \frac{0,1026 \cdot 24,20}{25,00} = 0,09931 - \text{g-ekw/l};$$

$$4) m = 0,003525 \cdot 250 = 0,88110 \text{ (g)Cl}^-;$$

5) 1,4790 gNaCl saklanýar 0,88110 g Cl⁻

100 gNaCl bolsa – x g Cl⁻

$$x = \frac{0,88110 \cdot 100}{1,4790} = 59,57(\%).$$

Hlorid ionynyň Cl⁻ nazaryýet teoriýa taýdan saklanýan mukdary hasaplanýlar:

6). 58,44 g NaCl düzýär 100% -i
35,45 g NaCl düzýär x% -ti

$$x = \frac{35,45 \cdot 100}{58,44} = 60,74(\%).$$

$$60,74\% - 59,57\% = 1,17\%.$$

Hasapdan görnüşi ýaly analiz edilýän nahar duzunyň nusgasy 59,57% hlor we 1,17% bolsa garyndy, hapa saklaýar.

Natriý bromidinden Folgardyň usulyny ulanyp, bromid iony kesgitlemek.

Natriý bromidiniň ($E_{\text{NaBr}} = 102,9 \text{ g}$) deňdir. 250 ml 0,1 N erginini taýýarlamaly. Nazary taýdan gerek massa mukdaryny hasaplaň. Ol 2,5 g NaBr natriý bromidine deň. Analitiki terezide hasaplan massaňyzy çekip alyň. Ol massaňyz takyk şol massa deň bolmaly däldir. Çekip alan

duzuňyzy guýguçdan 250 ml göwrümi belli kolba geçirmeli, duz eränden soň kolbanyň halka belgisine çenli distillirlenen suwdan doldurmaly, kolbany dyky bilen ýapmaly we gowy çaykap garmaly. Býuretkalary doldurmaly: birine – kümüş nitratynyň AgNO_3 ergininden, beýlekisine ammoniý rodonidiniň NH_4SCN ergininden. Pipetka bilen 25 ml natriý bromidinden NaBr kolba guýup soňraň üstüne býuretkadan (40 ml) artykmaç titri belli kümüş nitratyndan guýuň. Soňra çökündini süzmezden demir ammoniý zägininiň ergininden $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 2-5 ml goşmaly, kümüş nitratynyň AgNO_3 täsirleşmä girmän galan bölegini-mukdaryny ammoniý rodonidi NH_4SCN bilen titrlemeli. Titrlemäni azyndan üç gezek geçirip, soňra hasaplama işlerini doly we dogry asakda görkezilen düzgün boýunça geçirin.

Onda:

$$N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} = N_{\text{NH}_4\text{SCN}} \cdot V_{\text{NH}_4\text{SCN}}$$

Kümüş nitratynyň 0,1014 N ergininden 16,50 ml 0,09785 N ammoniý rodonidiniň erginini titrlemäge harçlanan göwrümini (ml) hasaplamaly.

$$0,1014 \cdot V_{\text{AgNO}_3} = 0,09785 \cdot 16,50$$

$$V_{\text{AgNO}_3} = 15,92 \text{ ml}$$

Tapylan tapawut arkaly 0,1014 N kümüş nitratynyň Br-ionyny çökdürmäge harçlanan göwrünini hasaplaýarys:

$$40,00 - 15,92 = 24,08 \text{ ýa-da } 40,00 \text{ ml} - 15,92 \text{ ml} = 24,08 \text{ ml};$$

$$N_{\text{NaBr}} = \frac{0,1014 \cdot 24,08}{25,00} = 0,09766 (\text{g} - \text{ekw/l});$$

$$T = \frac{79,92 \cdot 0,09766}{1000} = 0,007803 (\text{g/ml});$$

$$m = 0,007803 \cdot 250 = 1,950 (\text{g}).$$

Eger 2,571 g NaBr 1,950 g Br saklansa

100 g NaBr bolsa - x g Br saklanar

$$x = \frac{1,950 \cdot 100}{2,571} = 75,84(\text{g}) \quad \text{ýa-da } 75,84\%.$$

Geçirilen işiň we alnan netijäniň dogrulygyny barlaýarys. Nazaryýet taýdan saklanýan bromy hasaplaýarys.

102,92 g Br 100% düzýär

79,92 g Br bolsa x% düzýär

$$x = \frac{79,92 \cdot 100}{102,92} = 77,67\%.$$

$$77,67\% - 75,84\% = 1,83\%.$$

Analiz edilen natriý bromidiniň nusgasy 75,84% bromy we 1,83% (suw, başga duzlar) garyndysyny saklaýar.

Merkurimetriýa we merkurometriýa.

Merkurimetriýada işçi ergin simap (II) nitrat merkuro-metriýada işçi ergin simap (I) nitraty ulanylýar. Simabyň duzlary zäherlidir, şonuň üçin iş edilende gaty seresaply bolup, hemme düzgünleri berjaý etmelidir. Merkurimetriýa usulyna düýpli seredeliň. Simap Hg^{2+} ionlary galogenidler, sianidler we rodanidler emele getirýärler. Meselem, $\text{Hg}^{2+} + 2\text{Cl}^- \rightarrow \text{HgCl}_2$. Ekwiwalent nokadynda hemme hlorid Cl^- ionlar birleşen görnüşdedir, Hg^{2+} iony indikatoryň kömegi bilen açylýar, anyklanylýr. Hg^{2+} iony difenilkarbazon ýa-da natriý nitroprussid indikatorlary bilen gök reňkli çökündi emele getirýär.

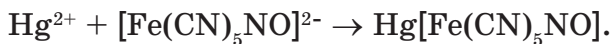
Simap (II) nitratynyň erginini taýýarlamak

Simap (II) nitratyndan takyk çekip almak bilen takyk konsentراسیýaly ergini taýýarlamak mümkin däl, sebäbi duz özüne çyg, suwy sorýar. Duzuň gerek mukdary

çekilip alynýar we ondan, takmynan, konsentrasiýaly ergini bilen titrläp simap nitratynyň ergininiň konsentrasiýasy takykklanýar. Takmynan, simap (II) nitratyndan bir litr 0,1 N ergin taýýarlamak üçin 17 g töweregi simap (II) nitratyndan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ çekilip alynýar. Alnan çekim mukdaryny guýguçdan göwrümi belli kolba geçirýärler, 20 ml 6N azot kislotasynyň ergininden, duzuň eremegi üçin we eredenden soň bolsa suw bilen kolbanyň halka-belgisine çenli doldurýarlar we ýeterlik bulaýarlar.

Simap (II) nitratynyň titrini kesgitlemek

Simap (II) nitratynyň titri natriý hloridi we indikatorlar-difenilkarbazon ýa-da natriý nitropussidiň gatnaşmagynda geçirilýär. Pipetka bilen natriý hloridinden alynýar, oňa 0,3 ml 10-prosentli natriý nitropussidiň ergininden gosulýar we simabyň (II) nitratynyň ergini bilen titrlenilýär. Titrleme nitropussidiniň çökündisi emele gelende gutarylýar:



Difenilkarbazony taýýarlamak üçin ondan 0,1 g alynýar we 100 ml spirtde eredilýär. Ol gara agzy berk gapda saklanylýar. Her titrlemä 3-4 damjadan indikator gosulýar. Difenilkarbazon ulanylanda ergin ýitmeýän gök reňke geçen wagty titrlenme gutarylýar. Ergine indikatory titrlemäniň basynda däl-de, titrlemäniň soňunda goşmaly, çökündiniň reňkini açan üýtgetmeli. Titrleme tursy erginde geçirilýär.

Simap (II) nitratynyň ergininiň titri ammoniý rodanidi bilen hem kesgitlenilýär. Şonuň üçin pipetka bilen düýbi düz kolba simap (II) nitratynyň ergininden gerek göwrümini geçirýärler, oňa dört-bäs ml demir (III) duzuň ergininden goşýarlar we ammoniý rodanidi NH_4SCN bilen titrleýärler. Demir rodanidi-erginiň reňki gyzyla boýalanda titrlemäniň sonu diýip hasap edilýär.

Barlag işi: Suwdaky Cl-ionyny kesgitlemek.

Merkurimetriýa usuly bilen hlorid ionyny kesgitlemeklik simabyň (II) nitratynyň ergini bilen göni titrleme usulynda titrlenýär, ammoniý rodanidiniň ergini bilen bolsa tersine, titrleme usulynda titrlenýär. Göni titrlenilende düýbi ýasy kolba 100 ml suwy guýýarlar, oňa 10ml 2N azot kislotasynyň erginini goşýarlar we 1 ml 2%-li difenilkarbazon erginini goşýarlar, erginde gögümtil-melewşe syýa reňk peýda bolanda titrlemäni gutarýarlar.

Soraglar we meseleler

1. Çökdürme usulynda ulanylan täsirleşmeler haýsy şertleri we talaplary ödemeli.
2. Moruň we Folgardyň usullarynyň manysy nämede jemlenýär?
3. Reagent indikatorlarynyň we adsorbsiýalaýyn indikatorlarynyň täsiri haýsy häsiýetlere esaslanan?
4. Kümşi kesgitlemekde rodanometriki usulyň manysy nämede jemlenen?
5. Kümüş nitratynyň ergininiň titrini kesgitlemek üçin gerek bolan 250 ml 0,05n natriý hloridiniň erginini taýýarlamak üçin näçe gram NaCl-dan gerekdigini hasaplamaly? Jogaby – 0,73 g.
6. 500 ml kolbada natriý hloridinden çekilip alnan mukdary eredilen. Taýýarlanylýan NaCl-iň ergininden 25 ml ergine 50 ml 0,1n ammoniý rodanidiniň ergininden goşulan. Çekilip alnan maddanyň mukdary näçe? Jogaby – 3 g.
7. Hlor saklaýan 0,2266 g maddanyň erginine 30,00 ml 0,1121n kümüş nitratynyň ergininden AgNO_3 goşuldy, soňra Ag^+ -kümüş ionynyň artykmajy 0,1158n 0,50ml ammoniý rodanidiniň NH_4SCN ergini bilen titrlenildi. Kesgitlenilýän nusga maddanyň düzümindäki hlory kesgitläň? Jogaby –

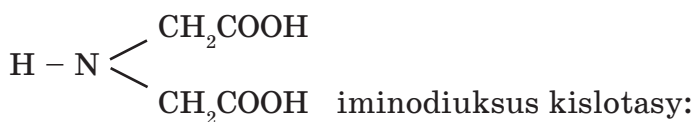
51,70%

8. Kümüş splawynyň 1,7450 g çekim mukdary azot kislotasynda eredilen . Ergin 250 ml kolbada suw bilen gowsadylan. Taýýarlanan erginiň 10,00 ml-ne 0,04672n ammoniy rodanidiniň ergininden 11,75 ml harçlanan. Splawda näçe göterim % kümüş saklanýar? Jogaby – 67,88% .

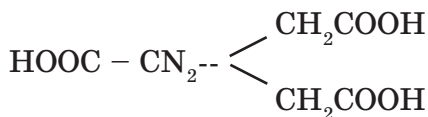
9. Natriý hloridiniň – NaCl 2,9014 gr-my 1000 ml ölcegli kolbada eredilen. Taýýarlanan erginiň 25 ml-ne kümüş nitratynyň – AgNO_3 ergininden 25,80 ml harçlanýar. Kümüş nitratynyň normallygyny we titrini kesgitleň? Jogaby – 0,04210 n, 0,008171.

Kompleksonometriya göwrüm usuly

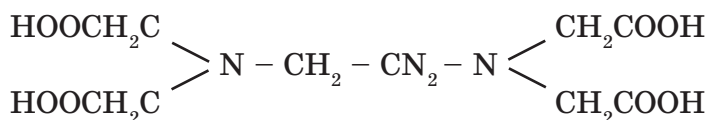
Kompleks birleşmeleriniň emele gelmegi bilen geçýän titrleme usuly analiz edilýän ionlaryň käbir organiki birleşmeler bilen täsirleşmegine esaslanýar. Metallaryň ionlary yüzüniň ugruna kompleksionlar bilen täsirleşip, ereýji az dissosirleşýän, düzümi üýtgemeyän birleşme emele getirýär. Kompleksonlar – organiki birleşmeler bolup, aminopolikarbon kislotalaryň wekilidir. Şolaryň iň yönekeý wekili iminodiuksus kislotasý.



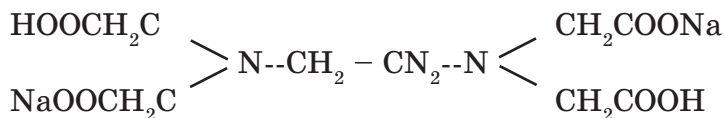
Köp ulanylýan we ýaýran kompleksonlara: komplekson I–nitrilüçuksus kislotasý:



Komplekson II: etilendiamintetrauksus kislotasy:



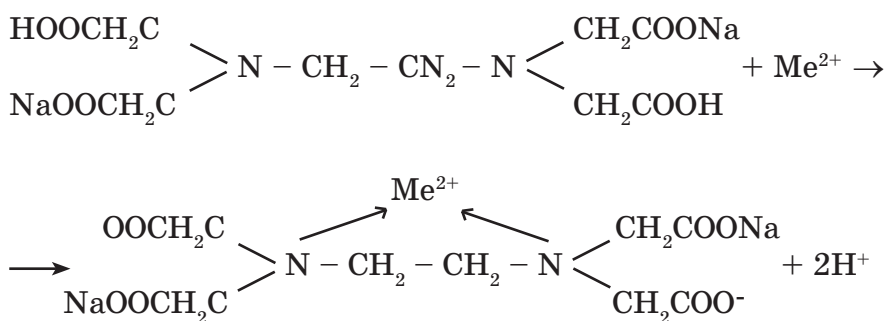
Komplekson – III (Trilon B)-etilendiamintetrauksus kislotasynyň 2-i natrili duzy.



Kompleksonlaryň molekulasynda birnäçe funksional toparlar bolup, olar bir wagtyň özünde kompleksiň merkezi atomyny birnäçe koordinasiýalaýyn baglanysyklar bilen baglanyşdyrmaga ukyplydyrlar.

Trilon B köp kationlar bilen durnukly we suwda ereýän içki kompleks duzlaryny emele getirýär. Olar karboksil toparynyň wodorod atomyny metala çalsyp, onuň ornuny tutmagy esasynda emele gelýär we kationyň aminotoparynyň azot atomy bilen täsirleşmesi bolýar.

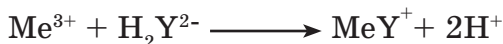
Trilon B-niň iki zaryýadly kationlar bilen täsirleşmesini şeýle görnüşinde ýazýarlar:



Trilon B köp ionlary kesgitlemekde ulanylýar. Olardan, Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Al^{3+} , CN^- , PO_4^{3-} we

başgalar.

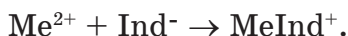
Trilon B bilen titrlenende dürli okislenme derejeli metal ionlarynda şular ýaly reaksiýalar geçýärler:



Şu ýerde H_2Y^{2-} – etilendiamintetrauksus kislotasynyň iki natrili duzunyň aniony. Metallaryň gram-ekwiwalentleri olaryň okislenme derejesine bagly däldir, ol bir gram-ekwiwalent kompleksony baglanysdyrýar.

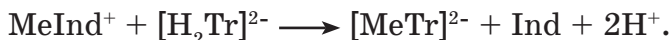
Reňkleriň üýtgäp geçiş araçägi $\text{pH} = 8-10$ aralykda gowy görünüär. Şol sebäpli titrleme bufer ergininiň $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$ gatnaşmagyndageçirilýär. Olbolsabölünipcykanwodorodionlarynyň emele getirýän tursy gursawyny bitaraplasdyrýar.

Mureksid indikatory $\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_6\text{O}_6$ –purpur kislotasynyň ammoniý duzy. Şu indikatoryň aniony Ind^- metallaryň kationlary bilen täsirleşip reňkli kompleks birleşmeleri emele getirýär:



Gögümtıl-melewşe gyzyl

Emele gelen kompleksler hem Trilon B-niň komplekslerinden az durnuklydyr, şol sebäpli titrlenilende metallaryň Me^{2+} kationlary Trilon B bilen baglanysýarlar, indikatoryň aniony bolsa erginde toplanýar we oňa gögümtıl-melewşe reňk berýär:



Gyzyl reňksiz reňksiz Gögümtıl-melewşe

Titrlämäniň soňuny gögümtıl-melewşe reňkiň peýda bolmagy häsiýetlendirýär.

Kompleksonometriýa titrleme usuly

Kompleks emele gelmegi bilen geçýän titrlemeginiň usulynda göni, tersine titrleme, alkalimetriýa titrlemesi we orunbasarly ýa-da orunçalyşma titrlemesi ulanylýar. 1. Göni titrleme soňky nokatda indikatoryň reňki bir reňkden beýleki reňke gowy aratapawutda geçýän ýagdaýda ulanylýar. Meselem, Mg, Ba, Sr, Ca, Zn we ş.m. kationlar mureksid indikatoryň gatnaşmagynda Trilon B bilen kesgitlenýär. Şol maksat bilen analiz edilýän ergin kolbanyň halka belgisine çenli distilirlenen suw bilen gowşadylýar, gowy çaykalýar. Titrleme aşgar gursawynda ($\text{pH}=10$) ammoniý bufer garysygyny ulanyp gecirilýär. 2. Ekwiwalent nokadynda indikatoryň geçiş reňki aç-açan bolmadyk ýagdaýynda, tersine titrleme ulanylýar. Bu ýagdaýda kompleksonyň artykmaç mukdar-göwrümi Mg, Zn ýa-da başga metallaryň duzalary bilen titrlenýär. Analiz edilýän ergine göwrümi belli işçi ergin-trilon B erginiň artykmaç mukdary gosulýar, täsirleşme geçip gutarýança ergin gyzdrylýar we sowandan soň Trilon B erginiň artykmaç mukdary magniý duzunyň ergini bilen titrlenilýär. Şu usul stronsiý we galliý kesgitlenilende giňden ulanylýar. Şonuň ýaly hem kesgitlenýän kation gidrolize sezewar bolup, erginde pH titrlemesi sebäpli saklanyp bilmedik ýagdaýynda ulanylýar. Trilon B bilen kation täsirleşende kesgitlenilýän iona ekwiwalent mukdarda H^+ iony bölünip çykanda alkalimetriýa titrlemesini ulanmak mümkin:

$\text{Me}^{2+} + [\text{H}_2\text{Tr}]^{2-} = [\text{MeTr}]^{2-} + 2\text{H}^+$, bölünip çykan wodorod ionyny fenoltaleiniň gatnaşmagynda aşgar ergini bilen titrleýärler.

Oruntutma-orunbasarly titrleme beýleki ionlara garanynda magniý ionynyň trilon B bilen durnuklylygy pes kompleksleri emele getirmegine esaslanandyr. Bölünip çykan Mg^{2+} hromogen garanyň gatnaşmagynda Trilon B bi-

len titrilenilýär:



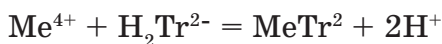
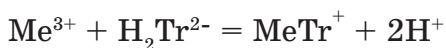
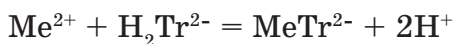
Trilon B ergininiň titrini kesgitlemek

Trilon B-nyň gramm-ekwiwalenti aşakdaka deň bolar:

$$E_{\text{Na}[\text{H}_2\text{Tr}]} = \frac{M_{\text{Na}[\text{H}_2\text{Tr}]}}{2} .$$

Bir litr 0,1N ergin taýýarlamak üçin himiki arassa Trilon B-den 18,625 g alýarlar we distillirlenen suwda eredýärler. Erginiň pH-y 5-e deň bolýar. Bufer ergini taýýarlamak üçin 100 ml 20%-li NH_3 erginini, 100 ml 20%-li NH_4Cl alýarlar we göwrümini bir litre çenli distillirlenen suwdan doldurýarlar. Trilon B köp ionlary kesgitlemekde ulanylýar, olardan: Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Al^{3+} , CN^- , PO_4^{3-} we ş.m.

Kompleks III-ýa-da Trilon B metal ionlarynyň okislendiriji derejesine garamazdan bir ekwiwalent hasabynda birleşýärler. Kompleks birleşmesiniň gysgaldylan görnüşi şeýle shema boýunça geçýar:



H_2Tr^{2-} etilendiamintetrauksus kislotasynyň iki natrili duzunyň aniony.

Metalyň gram ekwiwalenti onuň okislenme derejesine bagly däldir, ol kompleksiň bir gram ekwiwalentini birleşdirýär.

Ekwiwalent nokadyny kesgitlemek

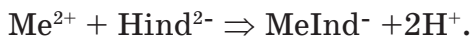
Kompleksonometriýada ekwiwalent nokady dürli usullar bilen kesgitlenilýär.

a) analiz edilýän – kation kompleksonlar bilen täsirleşende kationa ekwiwalent deň mukdarda H^+ iony bölünip çykýar, şol H^+ ionynyň mukdaryny alkalimetriýa usuly bilen kesgitlep, analiz edilýän kationyň konsentrasiýasy tapylýar.

b) kompleks birleşmesiniň emele gelmegi bilen geçýän titrlemäniň ekwiwalent mukdaryny fiziki-himiki usullary bilen (amperometriýa, potensiometriýa bilen) tapylýar.

c) metally indikatoryň kömegi bilen analiz edilýän kationyň erginde reňkiniň üýtgemegi esasynda titrlemäniň soňky nokady kesgitlenilýär. Olar organiki reňkleýjiler bolup, kationlar bilen reňkli kompleks birleşme emele getirýär. Reňklenen kompleksler Trilon B bilen kationlaryň emele getiren kompleksinden gowşak we durnuksyz bolýar. Şonuň üçin Trilon B bilen titrlenende metallaryň ionlary komplekson bilen baglanysýar we indikator özbaşdak bölünip aýrylýar. Metalyň kompleksi indikator bilen gyzyň reňkde, özbaşdak indikator bolsa gök reňkde bolýar.

Kompleksonometriýa titrleme usulynda indikator bolup hromogen gara ET-00($C_{20}H_{13}O_7N_3S$) ulanylýar. Şu reňkleýjiniň aniony $HInd^{2-}$ aşgar gursawda gök reňkli bolýar. Metallaryň kationlary bilen ol goýy – gyzyň reňk emele getirýär:



Gök çakyr-gyzyň

Trilon B bilen titrlenende [MeInd]⁻ kompleksi bozulyp dargayar, çünki metal iony Trilon B (Tr) bilen baglanysyp berk kompleksi emele getirýär.

(Hind²⁻) indikatoryň aniony bolsa erginde ýygnanýar we gök reňk berýär:

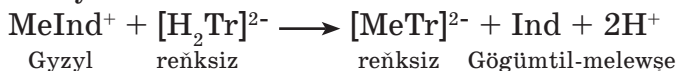


Reňkleriň üýtgäp geçiş araçägi pH = 8-10 aralykda gowy görünyär. Şol sebäpli titrleme bufer ergininiň NH₄OH + NH₄Cl gatnaşmagynda geçirilýär. Ol bolsa bölünip çykan wodorod ionlarynyň emele getirýän tursy gursawyny bitaraplaşdyrýar.

Mureksid indikatory C₈H₈N₆O₆-purpur kislotasynyň ammoniý duzy. Şu indikatoryň aniony Ind⁻ metallaryň kationlary bilen täsirleşip reňkli kompleks birleşmeleri emele getirýär:



Emele gelen kompleksler hem Trilon B-niň komplekslerinden az durnuklydyr, sol sebäpli titrlenilende metallaryň Me²⁺ kationlary Trilon B bilen baglanysýarlar, indikatoryň aniony bolsa erginde toplanýar we oňa gögümtil-melewşe reňk berýär:



Titrlämäniň soňuny gögümtil-melewşe reňkiň peýda bolmagy häsiýetlendirýär.

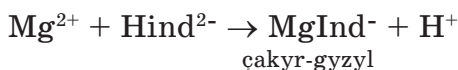
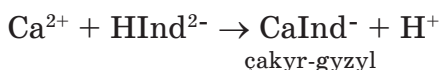
Trilon B erginiň titrini kalsiniň nitraty ýa-da hloridi bilen takyklaýarlar. Şonun üçin göwrümi belli 250 ml kolbada 0,1 N kalsiý duzynyň erginini taýýarlaýarlar, soňra çekim analizi bilen onuň takyk saklaýan, mukdaryny hasaplaýar-

lar. Taýýarlanylýan ergininden 25 ml pipetka bilen alyýarlar, oňa 50 ml suw goşýarlar, 25 ml NH_3 bufer garysygyndan we 20-30 mg gury indikator hromogen garanyň natriý hloridi bilen garysygyndan goşýarlar we 0,1 N Trilon B ergini bilen gyzyň reňk göge geçýänçä titrlenilýär. Hromogen garany natrininiň hloridi bilen 1:200 gatnasykda sokuda owkallap garysdyrýarlar.

Suwuň umumy talhlygyny kesgitlemek

Suwuň talhlygy kalsiý we magniý ionlarynyň 1litr suwdaky milligram-ekwiwalent sany bilen aňladylýar. Indikator bolup, köplenç, hromogen gara ulanylýar.

Ammoniy bufer garysygyny pH=10 bolýança goşup, Trilon B ergini bilen titrleýärler:



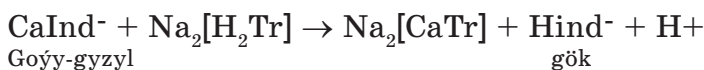
$$K_{\text{d-svz}} \text{ CaInd}^- = 3,9 \cdot 10^{-6}$$

$$K_{d-svz} [CaTr]^{2-} = 2,7 \cdot 10^{-11}$$

$$K_{\text{d-svz}} \text{ Mg Ind}^- = 1 \cdot 10^{-7}$$

$$K_{\text{d-svz}} \text{ we } [\text{MgTr}]^{2-} = 2 \cdot 10^{-9}$$

Ca-nyň we Mg-niň Trilon B bilen durnuksyzlyk hemiseliginiň (K) olaryň indikatorlar bilen emele getirýän komplekslerinden örän köp kiçidigini göz önünde tutup, soňkularyň bozulýandygyna (dargaýandygyna) göz ýetirýäris:



Erginiň gökreňke geçmegi täsirleşmäniň gutarandygyny aňladýar.

Suwuň umumy talhlygy şeýle formula bilen hasaplanylýar:

$$(\text{talhlyk}) - T = \frac{N_{\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]} \cdot V_{\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]}}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot 1000.$$

Bu ýerde $N_{\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]}$ -trilon B ergininiň normallygy, -titrlemäge harçlanan işçi ergin Trilon B-niň göwrümi (ml-de), titrlemek üçin alnan suwuň göwrümi (ml). Eger 100 ml analiz edilýän suwy titrlemäge 0,0982 N trilon B erginden 6,5 ml giden bolsa, onda

$$(\text{talhlyk}) - T = \frac{0,0982 \cdot 6,5}{100} \cdot 1000 = 6,830 \text{ (mg-ekw/l)}$$

Topragyň suwly nusgasyndan kalsiý we magniý ionlaryny kesgitlemek.

Kompleksonometriýa usuly bilen Ca^{2+} we Mg^{2+} ionlarynyň topragyň ergininden bilelikde gatnaşmagynda kesgitlemek mümkindir.

Bu usulyň düýp manysy ilki bilen Ca^{2+} we Mg^{2+} ionlarynyň bilelikdäki saklanýan mukdary kesgitlenilýär. Ol topragyň suwuny hromogen gara indikatorynyň gatnaşmagynda Trilon B bilen titrlenilýär. Soňra diňe Ca^{2+} ionynyň saklanýan mukdary kesgitlenilýär. Ol topragyň suwuny mureksid indikatoryň gatnaşmagynda Trilon B ergini bilen titrläp tapylýar. Hasaplanyp tapylan bu iki netijeleriniň (bahalaryň) tapawudy bolsa Mg^{2+} ionynyň saklanýan mukdaryny görkezýär.

Toprakdan suwly ergin taýýarlamak

Howada guradylan gury topragy sokuda owradyrlar we desigi 1 mm diametre deň bolan elekden elenýär, ondan 50 g litrlik kolba salýarlar, üstüne 500 ml gaýnadylan distillirlenen suwy guýýarlar, dyky bilen ýapýarlar we 3-5 minutyň dowamynda silkeýärler. Eger silkelemek elektrik togy bilen işleýän rotor enjamynda geçirilse kolbanyň ýerine ýylmanan agyz dyky bilen ýapylýan gap alynýar. Alnan suspenziýany uly süzgüje salnyp eplenilýän süzgüçden süzülýär. Eger süzülende aşak geçýän ergin (süzündi) bulançak bolsa ony gaýtalap süzmeli we süzülende şol önki süzgüçden geçirilýär. Pipetka bilen 50 ml topragyň suw nusgasyndan alynýar, oňa ammoniý bufer-garysýgyndan 5 ml, indikator hromogen garadan 25-30 mg goşulýar we 0,05 N Trilon B ergini bilen titrlenýär. Titrleme erginiň goýy-gyzyl reňki gök reňke geçen dessine tamamlanylýar. Titrleme azyndan üç gezek gaýtalanyp ortaça baha alynýar.

Ca^{2+} we Mg^{2+} -niň 10 g toprakda ýa-da soňa deň 1000 ml erginde bilelikdäki saklanýan mukdary hasaplanýar:

$$M_{\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}} = \frac{N_{\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]} \cdot V_{\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]}}{V_{\text{topraksuwy}}} \cdot 1000.$$

Bu ýerde $N_{\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]}$ -Trilon B erginiň normallygy, $V_{\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Tr}]}$ Trilon B işçi erginiň titrlemäge harçlanan işçi göwrümi (ml), $V_{\text{toprak suwy}}$ -titrlemäge alnan topragyň suwy, suw nusgasyň göwrümi (ml).

Kalsiniň mukdaryny hasaplamak

Kolba öňdäki işde hasaplanylysy ýaly titrlemek üçin 50 ml toprak suwunyň nusgasyndan salynýar, NaOH-nyň 2N ergininden 2,5 ml goşýarlar, NaCl bilen garyşdyrylan mureksid indikatoryndan 30-40 mg goşup, 0,05 N Trilon B ergini bilen titrlenip başlanýar. Titrleme 2-3 minut wagt aralygynda öçmeýän gögümtil-melewşe reňk peýda bolýança dowam etdirilýär.

Titrleme 2-3 gezek geçirilip, aralyk baha alynýar. Hasaplamaşy öňdäki işde bolsy ýaly 10 g toprakdaky Mg-niň saklanýan mukdary hasaplanylanda onuň kalsiý bilen bilelikdäki saklanýan mukdaryndan ugur alynýar:

$$M_{\text{Mg}^{2+}} = m(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) - m_{\text{Ca}^{2+}}.$$

Tehniki howpsuzlygyň düzgüni bozulan ýagdaýynda ilkinji kömek

Betbagtçylygyň hemmesinde ilki bilen gaýra goýulman tiz kömek çagyrylmalydyr.

1. **Birinji derejeli ýanmak-teniň gyzarmagy.** Ýanan ýere 90-96% etil spirti bilen öllenen pagtany (pamygy) goýmaly;

2. **Ikinji derejeli – ýanmak-teniň pakgarmagy** – tene spirt çalmaly ýa-da ony pagta siňdirip ýapmaly, ýogsa-da 3-5%-li KMnO_4 ergini ýa-da 5%-li taniniň täze taýýarlanylýan ergini bilen tä ten goňur reňke geçýänçä işlemeli;

3. **Üçünji derejeli ýanmak-teniň zaýаланmagy-ýara sterillenen hasa ulanmaly we tiz kömek, lukman çagyrmaly.**

4. Uly we çün kesilmeler. Suw bilen ýuwmak bolmaýar, sebäbi akýan ganyň özi kesigi ýuwyar. Kesige düşen aýna gyýyklaryny we ş.m. zatlary diňe lukman aýyrmalydyr. Ýara gury sterillenen hasa bilen daňylmalydyr. Sterillenen hasa bolmadyk ýagdaýynda ulanylmadyk täze el ýaglyk

bilen ütüklenenden soň ýarany daňmak bolar. Güýçli gan akymynda oňa ýaranyň ýokar ýanyndan rezin daňy goýmalydyr (daňmalydyr).

5. Kislotalar, aşgarlar, brom, fosfor bilen ten ýakylanda. Suw akýan kranyň güýçli suwy bilen ýuwulýar. Soňra (kislotada ýananda) natriý karbonatynyň 1%-li ergini, (aşgarda ýananda) uksus kislotasynyň 1%-li ergini bilen ýuwulýar. Brom bilen ýananda teni gowy, ýeterlikli benzol bilen ýuwýarlar. Fosfor bilen ýananda birnäçe gezek gaýtalap 1%-li mis sulfaty guýulan gaba ýarany batyrmaly ýa-da mis sulfatynyň ergini bilen gowy öllenen hasany ýapýarlar we tiz-tizden çalyşýarlar.

6. Gözüňe kislota ýa-da aşgar düşmegi. Suw akýan kranyň suwunyň güýçli akymynda ýuwmaly. Ýuwulýan wagty mümkin boldugyça göz hemme wagt açyk saklanmaly. Tiz lukmany çagyrmaly. Göze aşgar düşen bolsa, ony bor kislotaňyň 2%-li ergini bilen ýuwmaly. Kislota göze düşeninde natriý gidrokarbonatynyň 3%-li ergini bilen gowy ýuwmaly.

7. **Kislotalar, aşgarlar we agyr metallaryň duzlary bilen agyz we dodak ýananda.** Zähere garsylykly zatlary ulanmak, meselem süýt, belok, arpa suwy. Kislotalarda ýananlar agyz boslugyny meliň ýa-da magniý oksidiniň suspenziýasy (süýt görnüşli ergini) bilen çäýkamaly. Aşgarlarda ýananda uksus kislotasynyň 1%-li ergini ýa-da limon siresiniň suw ergini bilen çäýkamaly.

8. **Dem alyş ýollarynyň gyjyndyryjy gazlar – hlor, brom, hlorowodorod, azot oksidi ýaly gazlar bilen zäherlenmegi.**

Doly asudalyk ýagdaýyny döretmeli we howa çykarmaly!

Suw buguna tutulmaly ýa-da natriý gidrokarbanatynyň erginini pürkdürmeli. Mümkinçilik bolsa kislorod we onuň 6%-li uglerod (IV) oksidi bilen garyşygyny sordurmaly.

9. Kükürt wodorod, uglerod (II) oksidi sinil kislotasy, mysýakly wodorod, fosforly wodorod bilen zäherlenende. Ejir çekeniniň dem almasy kesilse, oňa ýasama dem berilmelidir, güýçli zäherlenende ejir çekenini arassa howa çykarmalydyr. Sinil kislotasy bilen zäherlenende 2 g natriý tio-sulfatyndan we 0,5 gr natriý nitratyndan we 50 ml suwdan durýan ergin içmeli.

10. Ammiak bilen zäherlenende. Uksus ýa-da limon şiresi goşulan köp mukdarda – göwrümdäki suwy içirmeli. Gaýtarmaga eltmeli. Ösümlik ýagyny, süýt ýa-da ýumurtganyň agyny içirmeli. Ammiak buglaryndan zäherleneni daşaryk howa çykarmaly we asudalyk bermeli.

11. Dürli awylar bilen zäherlenende. Zyýan çekene mis kuporosynyň 3% -li ergininden 15-25 ml içirmeli. Ol bolsa güýçli gaýtardar we aşgazanyndan awyny aýyryp arassalar.

Birnäçe elementleriň atom massasy (1952 ý.)

Tertip nomeri	Element- leriň atlary	Himiki belgisi	Atom massasy	Tertip nomeri	Element- leriň atlary	Himiki belgisi	Atom massasy
79	Altyn	Au	197,2	25	Marganes	Mn	54,93
13	Alýuminiý	Al	26,98	29	Mis	Cu	63,54
7	Azot	N	14,008	42	Molibden	Mo	95,95
56	Bariý	Ba	137,36	33	Mysýak	As	74,91
5	Bor	B	10,82	11	Natriý	Na	22,991
35	Brom	Br	79,916	28	Nikel	Ni	58,69
26	Demir	Fe	55,85	46	Palladiý	Pd	106,7
15	Fosfor	P	30,975	78	Platina	Pt	195,23
9	Ftor	F	19,00	88	Radiý	Ra	226,05
50	Galayý	Sn	118,70	34	Selen	Se	78,96
82	Gursun	Rb	267,21	80	Simap	Hg	200,61
17	Hlor	Cl	35,457	30	Sink	Zn	65,38
24	Hrom	Cr	52,01	38	Stronsiý	Sr	87,63
48	Kadmiý	Cd	112,41	51	Surma	Sb	121,76
19	Kaliý	K	39,100	52	Tellur	Te	127,61
20	Kalsiý	Ca	40,08	22	Titan	Ti	47,90
8	Kislorod	O	16,00	6	Uglerod	C	12,010

1-nji tablisanyň dowamy

Tertip nomeri	Element- leriň atlary	Himiki belgisi	Atom massasy	Tertip nomeri	Element- leriň atlary	Himiki belgisi	Atom massasy
27	Kobalt	Co	58,94	82	Uran	U	238,07
14	Kremniý	Si	28,09	23	Wanadiý	V	50,95
16	Kükürt	S	32,066	83	Wismut	Bi	209,00
47	Kümüş	Ag	107,880	1	Wodorod	H	1,0080
3	Litiý	Li	6,940	74	Wolfram	W	183,92
12	Magniý	Mg	24,32	53	Ýod	I	126,91

Birnäçe kislotalaryň erginleriniň udel agyrlyklary									
%	15°C-däki udel agyrlyklary				%	15°C-däki udel agyrlyklary			
	H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	CH ₃ COOH		H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	CH ₃ COOH
1	1,006	1,005	1,004	0,9997	11	1,076	1,062	1,054	1,0140
2	1,013	1,011	1,009	1,0012	12	1,083	1,068	1,052	1,0154
3	1,020	1,016	1,014	1,0026	13	1,090	1,074	1,064	1,0168
4	1,027	1,022	1,019	1,0041	14	1,098	1,080	1,069	1,0181
5	1,033	1,027	1,024	1,0055	15	1,105	1,086	1,074	1,0195
6	1,040	1,033	1,029	1,0069	16	1,112	1,093	1,079	1,0208
7	1,047	1,038	1,034	1,0084	17	1,119	1,099	1,084	1,0222
8	1,055	1,044	1,039	1,0098	18	1,127	1,106	1,089	1,0236
9	1,062	1,040	1,044	1,0112	19	1,135	1,112	1,095	1,0248
10	1,066	1,056	1,049	1,0216	20	1,143	1,119	1,100	1,0261
21	1,150	1,125	1,105	1,0274	61	1,514	1,379		1,0648
22	1,158	1,132	1,110	1,0287	62	1,525	1,384		1,0653
23	1,166	1,138	1,115	1,0299	63	1,536	1,389		1,0658
24	1,174	1,145	1,121	1,0312	64	1,547	1,394		1,0663
25	1,182	1,158	1,126	1,0324	65	1,559	1,398		1,0667
26	1,190	1,158	1,132	1,036	66	1,171	1,403		1,0671
27	1,198	1,164	1,137	1,0348	67	1,582	1,408		1,0675

%	15°C-däki udel agyrlyklary				%	15°C-däki udel agyrlyklary			
	H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	CH ₃ COOH		H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	CH ₃ COOH
28	1,026	1,171	1,142	1,0360	68	1,594	1,412		1,0679
29	1,215	1,177	1,147	1,0372	69	1,605	1,417		1,0683
30	1,224	1,184	1,152	1,0383	70	1,617	1,421		1,0686
31	1,231	1,185	1,158	1,0394	71	1,628	1,425		1,0689
32	1,239	1,198	1,163	1,0005	72	1,640	1,429		1,0691
33	1,247	1,205	1,168	1,0416	73	1,452	1,433		1,0693
34	1,255	1,211	1,173	1,0426	74	1,664	1,437		1,0695
35	1,264	1,218	1,178	1,0437	75	1,675	1,441		1,0697
36	1,237	1,225	1,183	1,0448	76	1,687	1,445		1,0699
37	1,281	1,231	1,188	1,0458	77	1,698	1,449		1,0700
38	1,290	1,238	1,194	1,0468	78	1,710	1,453		1,0700
39	1,298	1,244		1,0478	79	1,721	1,457		1,0700
40	1,307	1,251		1,0488	80	1,732	1,460		1,0699
41	1,315	1,257		1,0498	81	1,143	1,464		1,0693
42	1,324	1,264		1,0507	82	1,755	1,467		1,0696
43	1,333	1,270		1,0516	83	1,766	1,470		1,0694
44	1,342	1,277		1,0525	84	1,776	1,474		1,0691
45	1,351	1,283		1,0534	85	1,785	1,477		1,0688

%	15°C-däki udel agyrlyklary				%	15°C-däki udel agyrlyklary			
	H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	CH ₃ COOH		H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	CH ₃ COOH
46	1,361	1,290		1,0543	86	1,793	1,480		1,0684
47	1,370	1,296		1,0551	87	1,800	1,483		1,0679
48	1,380	1,303		1,0559	88	1,808	1,486		1,0674
49	1,389	1,309		1,0567	89	1,814	1,488		1,0668
50	1,399	1,316		1,0575	90	1,819	1,491		1,0660
51	1,409	1,322		1,0583	91	1,825	1,493		1,0652
52	1,419	1,328		1,0590	92	1,830	1,496		1,0643
53	1,429	1,334		1,0597	93	1,834	1,488		1,0632
54	1,439	1,340		1,0604	94	1,837	1,500		1,0620
55	1,449	1,346		1,0611	95	1,839	1,502		1,0606
56	1,460	1,351		1,0618	96	1,840	1,504		1,0589
57	1,471	1,356		1,0624	97	1,841	1,507		1,0570
58	1,482	1,362		1,0630	98	1,841	1,510		1,549
59	1,491	1,367		1,0636	99	1,839	1,515		1,0497
60	1,503	1,373		1,0642	100	1,838	1,522		1,0497

Ammiagyň we asgarlaryň udel agyrlyklary

%	15°C-däki udel agyrlyklary			%	15°C-däki udel agyrlyklary		
	HaOH	KOH	NH ₃		HaOH	KOH	NH ₃
1	1,0100	1,008	0,995	31	1,342	1,6298	0,895
2	1,023	1,023	0,992	32	1,352	1,310	0,893
3	1,034	1,024	0,987	33	1,363	1,322	0,891
4	1,046	1,033	0,983	34	1,374	1,334	0,889
5	1,057	1,040	0,978	35	1,384	1,346	0,887
6	1,069	1,048	0,973	36	1,395	1,358	0,884
7	1,070	1,056	0,970	37	1,405	1,371	
8	1,092	1,065	0,967	38	1,416	1,384	
9	1,193	1,073	0,964	39	1,426	1,397	
10	1,115	1,082	0,960	40	1,437	1,411	
11	1,126	1,091	0,957	41	1,447	1,424	
12	1,137	1,100	0,953	42	1,458	1,437	
13	1,148	1,109	0,950	43	1,468	1,448	
14	1,159	1,118	0,946	44	1,478	1,460	
15	1,170	1,127	0,943	45	1,488	1,472	
16	1,181	1,137	0,939	46	1,509	1,498	
17	1,192	1,146	0,936	47	1,509	1,498	
18	1,203	1,156	0,932	48	1,519	1,511	

Ammiagyň we asgarlaryň udel agyrlyklary							
%	15°C-däki udel agyrlyklary			%	15°C-däki udel agyrlyklary		
	HaOH	KOH	NH ₃		HaOH	KOH	NH ₃
1	1,0100	1,008	0,995	31	1,342	1,6298	0,895
2	1,023	1,023	0,992	32	1,352	1,310	0,893
3	1,034	1,024	0,987	33	1,363	1,322	0,891
4	1,046	1,033	0,983	34	1,374	1,334	0,889
5	1,057	1,040	0,978	35	1,384	1,346	0,887
6	1,069	1,048	0,973	36	1,395	1,358	0,884
7	1,070	1,056	0,970	37	1,405	1,371	
8	1,092	1,065	0,967	38	1,416	1,384	
9	1,193	1,073	0,964	39	1,426	1,397	
10	1,115	1,082	0,960	40	1,437	1,411	
11	1,126	1,091	0,957	41	1,447	1,424	
12	1,137	1,100	0,953	42	1,458	1,437	
13	1,148	1,109	0,950	43	1,468	1,448	
14	1,159	1,118	0,946	44	1,478	1,460	
15	1,170	1,127	0,943	45	1,488	1,472	
16	1,181	1,137	0,939	46	1,509	1,498	
17	1,192	1,146	0,936	47	1,509	1,498	
18	1,203	1,156	0,932	48	1,519	1,511	

Ammiagıń we aǵarlardıń udel agyrlykları

%	15°C-däki udel agyrlykları			%	15°C-däki udel agyrlykları		
	HaOH	KOH	NH ₃		HaOH	KOH	NH ₃
19	1,214	1,166	0,929	49	1,530	1,524	
20	1,225	1,176	0,926	50	1,540	1,538	
21	1,236	1,186	0,923	51	1,550	1,541	
22	1,247	1,196	0,919	52	1,560	1,541	
23	1,258	1,206	0,916	53	1,570	1,577	
24	1,268	1,217	0,913	54	1,580	1,590	
25	1,278	1,228	0,910	55	1,590	1,603	
26	1,289	1,240	0,908	56	1,601	1,616	
27	1,299	1,251	0,905	57	1,612		
28	1,310	1,263	0,903	58	1,622		
29	1,321	1,274	0,900	59	1,632		
30	1,332	1,286	0,898	60	1,643		

4-nji tablisa

Metallaryň standart elektrod potentsiallary			
Li/Li ⁺	– 3,02	Fe/Fe ⁺²	– 0,44
Rb/Rb ⁺	– 2,99	Cd/Cd ⁺²	– 0,39
K/K ⁺	– 2,92	Co/Co ⁺²	– 0,28
Ba/Ba ⁺²	– 2,90	Ni/Ni ⁺²	– 0,25
Sr/Sr ⁺²	– 2,89	Sn/Sn ⁺²	– 0,14
Ca/Ca ⁺²	– 2,87	Pb/Pb ⁺²	– 0,13
Na/Na ⁺	– 2,71	Fe/Fe ⁺³	– 0,036
La/La ⁺³	– 2,37	H ₂ /2H ⁺	0,00
Mg/Mg ⁺²	– 2,34	Cu/Cu ⁺²	+ 0,34
Al/Al ⁺³	– 1,67	Ag/Ag ⁺	+ 0,80
Mn/Mn ⁺²	– 1,05	Pd/Pd ⁺²	+ 0,83
Zn/Zn ⁺²	– 0,76	Hg/Hg ⁺²	+ 0,85
Cr/Cr ⁺³	– 0,71	Pt/Pt ⁺²	+ 1,20
Ga/Ga ⁺³	– 0,52	Au/Au ⁺³	+ 1,42

5-nji tablisa

Birnäçe gowşan elektrolitleriň dissosiasiyalarynyň konstanty (25°C)		
Elektrolitler we olaryň folmulasy	Dissosiasiyanyň konstantynyň folmulasy	Dissosiasiyanyň konstantynyň bahasy (25°C)
Suw	$K = [\text{H}^+]\cdot[\text{OH}^-]/[\text{H}_2\text{O}]$	$1,8 \cdot 10^{-16}$
Organiki däl kislotalar	$K = [\text{H}^+]\cdot[\text{OH}_2^-]/[\text{HNO}_2]$	
Azotly HNO ₂		
Kükürt H ₂ SO ₄	$K_2 = [\text{H}^+]\cdot[\text{SO}_3^{2-}]/[\text{HSO}_4^-]$	$1,2 \cdot 10^{-7}$
(dissosiasiyanyň 2-nji basgancagy)		

5-nji tablisanyň dowamy

Elektrolitler we olaryň folmulasy	Dissosiasiýanyň konstantynyň folmulasy	Dissosiasiýanyň konstantynyň bahasy (25°C)
Kükürtli H ₂ SO ₃	$K_1 = [H^+] \cdot [HSO_3^-] / [H_2SO_3]$ $K_2 = [H^+] \cdot [SO_3^{2-}] / [HSO_3^-]$	$1,7 \cdot 10^{-2}$
Kükürtli wodorod H ₂ S	$K_1 = [H^+] \cdot [HS^-] / [H_2S]$ $K_2 = [H^+] \cdot [S^{2-}] / [HS^-]$	$6,0 \cdot 10^{-8}$ $5,7 \cdot 10^{-8}$ $1,2 \cdot 10^{-15}$
Kömür H ₂ CO ₃	$K_1 = [H^+] \cdot [HCO_3^-] / [H_2CO_3]$ $K_2 = [H^+] \cdot [CO_3^{2-}] \cdot [HCO_3^-]$	$4,3 \cdot 10^{-7}$ $5,6 \cdot 10^{-11}$
Fosfor H ₃ PO ₄	$K_1 = [H^+] \cdot [H_2PO_4^-] / [H_3PO_4]$ $K_2 = [H^+] \cdot [HPO_4^{2-}] / [H_2PO_4^-]$ $K_3 = [H^+] \cdot [PO_4^{3-}] / [HPO_4^{2-}]$	$7,5 \cdot 10^{-3}$ $6,2 \cdot 10^{-8}$ $2,2 \cdot 10^{-13}$
	Organiki kislotalar	
Çakyr H ₂ C ₄ O ₈	$K_1 = [H^+] \cdot [HC_4H_4O_6^-] / [H_2C_4H_4O_6]$ $K_2 = [H^+] \cdot [C_4H_4O_6^{2-}] / [HC_4H_4O_6^-]$	$1,0 \cdot 10^{-3}$
Garynja HCOOH	$K = [H^+] \cdot [HCOO^-] / [HCOOH]$	$4,6 \cdot 10^{-5}$ $1,8 \cdot 10^{-4}$
Uksus CH ₃ COOH	$K = [H^+] \cdot [CH_3COO^-] / [CH_3COO]$	$1,8 \cdot 10^{-5}$
Turşuja H ₂ C ₂ O ₄	$K_1 = [H^+] \cdot [HC_2O_4^-] / [H_2C_2O_4]$ $K_2 = [H^+] \cdot [C_2O_4^{2-}] / [HC_2O_4^-]$	$5,9 \cdot 10^{-2}$ $6,4 \cdot 10^{-5}$
	Esaslar	
Kalsiniň gidroksidi Ca(OH) ₂	$K = [Ca^{2+}] \cdot [OH^-] / [Ca(OH)^-]$	$3,0 \cdot 10^{-2}$
Ammoniniň gidroksidi NH ₄ OH	$K = [NH_4^+] \cdot [OH^-] / [NH_4OH]$	$1,8 \cdot 10^{-5}$

Birnäçe kompleks ionlaryň konstantynyň durnuksyzlygy			
Ionlaryň folmulary	Ionlaryň dissosiasıýasynyň deňlemeleri		Durnuksyzlyk konstanty
$[\text{AlF}_6]^{3-}$	$[\text{AlF}_6]^{3-} \leftrightarrow$	$\text{Al}^{3+} + 6\text{F}^-$	$2 \cdot 10^{-24}$
$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$	$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} \leftrightarrow$	$\text{Fe}^{2+} + 6\text{CN}^-$	$5,0 \cdot 10^{-37}$
$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$	$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-} \leftrightarrow$	$\text{Fe}^{3+} + 6\text{CN}^-$	$5,0 \cdot 10^{-44}$
$[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	$[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+} \leftrightarrow$	$\text{Zn}^{2+} + 4\text{NH}_3$	$2,6 \cdot 10^{-10}$
$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+} \leftrightarrow$	$\text{Co}^{2+} + 6\text{NH}_3$	$1,25 \cdot 10^{-5}$
$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+} \leftrightarrow$	$\text{Co}^{3+} + 6\text{NH}_3$	$6 \cdot 10^{-36}$
$[\text{Co}(\text{CN})_5]^{2-}$	$[\text{Co}(\text{CN})_5]^{2-} \leftrightarrow$	$\text{Co}^{3+} + 5\text{CN}^-$	$8 \cdot 10^{-20}$
$[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	$[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+} \leftrightarrow$	$\text{Ni}^{2+} + 6\text{NH}_3$	$6 \cdot 10^{-9}$
$[\text{Ni}(\text{CH}_4)]^{2-}$	$[\text{Ni}(\text{CH}_4)]^{2-} \leftrightarrow$	$\text{Ni}^{2+} + 4\text{CN}^-$	$3 \cdot 10^{-16}$
$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+} \leftrightarrow$	$\text{Cu}^{2+} + 4\text{NH}_3$	$4,6 \cdot 10^{-14}$
$[\text{Cu}(\text{CN})_4]^{3-}$	$[\text{Cu}(\text{CN})_4]^{3-} \leftrightarrow$	$\text{Cu}^+ + 4\text{CN}^-$	$5 \cdot 10^{-28}$
$[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	$[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+} \leftrightarrow$	$\text{Cd}^{2+} + 4\text{NH}_3$	$1 \cdot 10^{-7}$
$[\text{Cu}(\text{CN})_4]^{2-}$	$[\text{Cd}(\text{CN})_4]^{2-} \leftrightarrow$	$\text{Cd}^{2+} + 4\text{CN}^-$	$1,4 \cdot 10^{-17}$
$[\text{AgCl}]$	$[\text{AgCl}] \leftrightarrow$	$\text{Ag}^+ + \text{Cl}^-$	$2,3 \cdot 10^{-6}$
$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$	$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ \leftrightarrow$	$\text{Ag}^+ + 2\text{NH}_3$	$7,2 \cdot 10^{-8}$
$[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)]^-$	$[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)]^- \leftrightarrow$	$\text{Ag}^+ + \text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	$1 \cdot 10^{-13}$
$[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$	$[\text{Ag}(\text{CN})_2]^- \leftrightarrow$	$\text{Ag}^+ + 2\text{CN}^-$	$1 \cdot 10^{-21}$
$[\text{HgCl}_4]^{2-}$	$[\text{HgCl}_4]^{2-} \leftrightarrow$	$\text{Hg}^{2+} + 4\text{Cl}^-$	$6 \cdot 10^{-17}$
$[\text{HgBr}_4]^{2-}$	$[\text{HgBr}_4]^{2-} \leftrightarrow$	$\text{Hg}^{2+} + 4\text{Br}^-$	$2,2 \cdot 10^{-22}$
$[\text{HgJ}_4]^{2-}$	$[\text{HgJ}_4]^{2-} \leftrightarrow$	$\text{Hg}^{2+} + 4\text{J}^-$	$5 \cdot 10^{-31}$
$[\text{Hg}(\text{SCN})_4]^{2-}$	$[\text{Hg}(\text{SCN})_4]^{2-} \leftrightarrow$	$\text{Hg}^{2+} + 4\text{SCN}^-$	$1 \cdot 10^{-22}$
$[\text{SnCl}_6]^{2-}$	$[\text{SnCl}_6]^{2-} \leftrightarrow$	$\text{Sn}^{4+} + 6\text{Cl}^-$	$1,5 \cdot 10^{-1}$
$[\text{PbJ}_5]^{3-}$	$[\text{PbJ}_5]^{3-} \leftrightarrow$	$\text{Pb}^{2+} + 5\text{J}^-$	$4,5 \cdot 10^{-4}$
$[\text{H}_2\text{O}]$	$[\text{H}_2\text{O}] \leftrightarrow$	$\text{H}^+ + \text{OH}^-$	$1,8 \cdot 10^{-1}$

Birnäçe kyn ereýän elektrolitleriň ereýjiligi we olaryň ereýjiligiň köpeltmek hasyly (18-25°C)			
Maddalaryň formulalary	Ereýjiligi g/dm ³ mol/dm ³		Ereýjiligiň köpeltmek hasyly (EKH)
KHC ₄ H ₄ O ₆	3,2	1,7 · 10 ⁻²	$[K^+][HC_4H_4O_6^-] = 3 \cdot 10^{-4}$
Mg(OH) ₂	6,4 · 10 ⁻³	1,1 · 10 ⁻⁴	$[Mg^{2+}][OH^-]^2 = 5 \cdot 10^{-12}$
MgNH ₄ PO ₄	8,6 · 10 ⁻³	6,3 · 10 ⁻⁵	$[Mg^{2+}][NH_4^+][PO_4^{3-}] = 2,5 \cdot 10^{-13}$
BaCO ₃	1,76 · 10 ⁻²	8,9 · 10 ⁻⁵	$[Ba^{2+}][CO_3^{2-}] = 8 \cdot 10^{-9}$
BaC ₂ O ₄	9 · 10 ⁻³	4,0 · 10 ⁻⁴	$[Ba^{2+}][C_2O_4^{2-}] = 1,6 \cdot 10^{-7}$
BaCrO ₄	3,9 · 10 ⁻³	1,55 · 10 ⁻⁵	$[Ba^{2+}][CrO_4^{2-}] = 2,4 \cdot 10^{-10}$
BaSO ₄	2,5 · 10 ⁻³	1,05 · 10 ⁻⁵	$[Ba^{2+}][SO_4^{2-}] = 1,1 \cdot 10^{-10}$
SrSO ₄	9,7 · 10 ⁻²	5,3 · 10 ⁻⁴	$[Sr^{2+}][SO_4^{2-}] = 2,8 \cdot 10^{-7}$
SrC ₂ O ₄	4,2 · 10 ⁻²	2,37 · 10 ⁻⁴	$[Sr^{2+}][C_2O_4^{2-}] = 1,6 \cdot 10^{-9}$
SrCO ₃	5,9 · 10 ⁻³	4,0 · 10 ⁻⁵	$[Sr^{2+}][CO_3^{2-}] = 1,1 \cdot 10^{-10}$
CaSO ₄	2	7,8 · 10 ⁻³	$[Ca^{2+}][SO_4^{2-}] = 6,1 \cdot 10^{-5}$
CaCO ₃	6,9 · 10 ⁻³	6,9 · 10 ⁻⁵	$[Ca^{2+}][CO_3^{2-}] = 4,8 \cdot 10^{-9}$
CaC ₂ O ₄	6,5 · 10 ⁻³	5,07 · 10 ⁻³	$[Ca^{2+}][C_2O_4^{2-}] = 2,57 \cdot 10^{-9}$
Fe(OH) ₂	4,4 · 10 ⁻⁴	4,9 · 10 ⁻⁶	$[Fe^{2+}][OH^-]^2 = 4,8 \cdot 10^{-16}$
Fe(OH) ₃	2,0 · 10 ⁻⁸	1,9 · 10 ⁻¹⁰	$[Fe^{3+}][OH^-]^3 = 3,8 \cdot 10^{-38}$
FeS	5,4 · 10 ⁻⁸	6,1 · 10 ⁻¹⁰	$[Fe^{2+}][S^{2-}] = 3,7 \cdot 10^{-19}$
Mn(OH) ₂	19 · 10 ⁻³	2,14 · 10 ⁻⁵	$[Mn^{2+}][OH^-] = 4,0 \cdot 10^{-14}$
MnS	3,2 · 10 ⁻⁶	3,7 · 10 ⁻⁸	$[Mn^{2+}][S^{2-}] = 1,4 \cdot 10^{-15}$
Zn(OH) ₂	1,4 · 10 ⁻⁴	1,4 · 10 ⁻⁶	$[Zn^{2+}][OH^-] = 1,0 \cdot 10^{-17}$

7-nji tablisanyň dowamy

Maddalaryň formulalary	Ereýjiligi		Ereýjiligiň köpeltmek hasyly (EKH)
	g/dm ³	mol/dm ³	
ZnS	$3,4 \cdot 10^{-10}$	$3,5 \cdot 10^{-23}$	$[\text{Zn}^{2+}] \cdot [\text{S}^{2-}] = 1,2 \cdot 10^{-23}$
NiS	$1,1 \cdot 10^{-10}$	$1,2 \cdot 10^{-12}$	$[\text{Ni}^{2+}] \cdot [\text{S}^{2-}] = 1,4 \cdot 10^{-24}$
AgCl	$1,8 \cdot 10^{-5}$	$1,25 \cdot 10^{-5}$	$[\text{Ag}^+] \cdot [\text{Cl}^-] = 1,56 \cdot 10^{-10}$
AgBr	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$8,8 \cdot 10^{-7}$	$[\text{Ag}^+] \cdot [\text{Br}^-] = 7,7 \cdot 10^{-13}$
AgI	$2,8 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-8}$	$[\text{Ag}^+] \cdot [\text{I}^-] = 1,5 \cdot 10^{-16}$
AgSCN	$1,8 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-6}$	$[\text{Ag}^+] \cdot [\text{SCN}^-] = 1,16 \cdot 10^{-12}$
Ag[Fe(CN) ₄]	$1,4 \cdot 10^{-6}$	$2,2 \cdot 10^{-9}$	$[\text{Ag}^+] \cdot [\text{Fe}(\text{CN})_4]^- = 1,5 \cdot 10^{-41}$
Ag ₃ [Fe(CN) ₆]	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$2,4 \cdot 10^{-7}$	$[\text{Ag}^+]^3 \cdot [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-} = 9,8 \cdot 10^{-26}$
AgBrO ₃	1,49	$6,3 \cdot 10^{-3}$	$[\text{Ag}^+] \cdot [\text{BrO}_3^-] = 5,77 \cdot 10^{-5}$
Ag ₂ CrO ₄	$4,3 \cdot 10^{-2}$	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$[\text{Ag}^+]^2 \cdot [\text{CrO}_4^{2-}] = 9,0 \cdot 10^{-13}$
Ag ₂ S	$8,7 \cdot 10^{-15}$	$3,5 \cdot 10^{-17}$	$[\text{Ag}^+]^2 \cdot [\text{S}^{2-}] = 1,6 \cdot 10^{-49}$
PbCl ₂	11,0	$3,9 \cdot 10^{-2}$	$[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{Cl}^-]^2 = 2,4 \cdot 10^{-4}$
PbJ ₂	$6,0 \cdot 10^{-1}$	$1,3 \cdot 10^{-3}$	$[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{J}^-]^2 = 8,7 \cdot 10^{-9}$
PbSO ₄	$4,5 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] = 2,2 \cdot 10^{-8}$
PbS	$7,9 \cdot 10^{-12}$	$3,3 \cdot 10^{-15}$	$[\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{S}^{2-}] = 1,1 \cdot 10^{-20}$
CuS	$8,8 \cdot 10^{-21}$	$9,2 \cdot 10^{-23}$	$[\text{Cu}^{2+}] \cdot [\text{S}^{2-}] = 8,5 \cdot 10^{-45}$
CdS	$8,6 \cdot 10^{-13}$	$6,0 \cdot 10^{-15}$	$[\text{Cd}^{2+}] \cdot [\text{S}^{2-}] = 3,6 \cdot 10^{-29}$
HgS	$1,4 \cdot 10^{-14}$	$6,3 \cdot 10^{-27}$	$[\text{Hg}^{2+}] \cdot [\text{S}^{2-}] = 4,0 \cdot 10^{-53}$

8-nji tablisa

Himiki reaktiwleriň toparlary			
Reaktiwleriň toparlary	Belligi	Esasy maddanyň düzümi, %	Aýratyn garysýklaryň düzümi, %
Arassa	a.	98 az däl	$0,01 \div 0,5$
Analiz üçin arassa	a.ü.a.	98 az däl	tä 0,1
Himiki arassa	h.a.	99 köp	$1 \cdot 10^{-3} \div 10^{-5}$
Aýratyň arassa	aýr.a.	100 ýakyn	$1 \cdot 10^{-5} \div 10^{-10}$

10.5 GOŞMAÇA TABLISALAR

- 1-nji tablisa** Birnäçe elementleriň atom massalary (1952 ý).
- 2-nji tablisa** Birnäçe kislotalaryň erginleriniň udel agyrlyklary.
- 3-nji tablisa** Ammiagyň we aşgarlaryň udel agyrlyklary.
- 4-nji tablisa** Metallaryň standart elektrod potensiallary.
- 5-nji tablisa** Birnäçe gowşak elektrolitleriň dissosiasiýalarynyň konstanty(25°C).
- 6-njy tablisa** Birnäçe kompleks ionlarynyň konstantynyň durnuksyzlygy.
- 7-nji tablisa** Birnäçe kyn ereýän elektrolitleriň ereýjiligi we olaryň ereýjiliginiň köpeltmek hasyly (18-25°C).
- 8-nji tablisa** Himiki reaktiwleriň toparlary.

ULANYLAN EDEBIYATLAR

1. *Алексеев Б.Н.*, Курс качественного химического полимикроанализа. – М.:, 1973.
2. *Алимарин И.П., Архангельская Б.Н.* Качественный полумикроанализ. – М-З., 1952.
3. Методы обнаружения и разделения элементов. Под ред И.П. Алимарин. –М., изд. МГУ, 1984.
4. *А.К. Бобко., И.В. Пятницкий.* Количественный анализ. М., 1968.
5. *Ю. А. Клячко., С.А. Шапиро.* Курс химического качественного анализа. М., 1960.
6. *Н.И. Блок.* Качественный химический анализ М., 1952.
7. *И.М. Коренман.* Микрористаллоскопия. М., 1955.
8. *А.П. Крешков.* Основы аналитической химии. Изд. 3-е, М., 1970.
9. *А.П. Крешков.* Вессероводородные методы качественного полумикроанализа, М, 1971.
10. *А.П. Крешков., Л.Н. Быкова., Н.А. Казаръян.* Кислотно-основное титрование неводных растворах. М., 1967.
11. *Б.П. Надеенский.* Теоретические обоснования и расчеты в аналитической химии. М., 1971.
12. *И.К. Цитович.* Курс аналитической химии. М., 1972.
13. *Ф.М. Шемякин, А.Н. Карпов, А.Н.Бруснецов.* Аналитическая химия. М., 1973.
14. *Н.А. Тананаев.* Капельный метод. М., 1954.
15. *З.М. Кулберг, Г.С. Алтерзон, Р.П. Велтман.* Капельный анализ. М., 1951.
16. *В.Б. Алесковский., К.Б. Ясимирский.* Физико-химические методы анализа. М., 1971.
17. *Ю.С. Зяликов.* Физико-химические методы анализа. М., 1964.
18. Хроматографический адсорбционный анализ. М., 1964

19. *Б.В. Айвазов.* Практическое руководство по хроматографии. М., 1968.
20. *А.А. Лурье.* Сорбенты и хроматографические носители. М., 1972.
21. *К.М. Олшанова* и др. Практикум по хроматографическому анализу. М., 1970.
22. *Ф.М. Шемякин* и др. Хроматографический анализ. М., 1955.
23. *Ф.М. Шемякин, В.В. Степин.* Ионообменный Хроматографический анализ металлов. Изд. 2-е, М., 1970.
24. *А.К. Бабко, А.Т. Плипенко.* Фотометрический анализ. М., 1968.
25. *М.И. Булатов, И.П. Калинин.* Практическое руководство по коллориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа. Л., 1973.
26. *А. Берка, Я. Бултерин, Я. Лыка.* Новые редокс-методы в аналитической химии. М., 1968.
27. *Д. Перрин.* Органические, аналитические реагенты. М., 1967.
28. *Г. Шварценбах, Г. Флашка.* Комплексометрические титрование. М., 1970.
29. *П.П. Коростелев.* Приготовление растворов для химико-аналитических работ. М., 1962.
30. *А.М. Васильев* и др. Сборник задач и упражнений по аналитической химии. М., 1972.
31. *А.П. Мусакин* и др. Задачник по количественному анализу. Л., 1972.
32. *Ю.Ю. Лурье.* Справочник по аналитической химии. М., 1971.
33. *А.П. Мусакин.* Таблицы и схемы аналитической химии. М., 1971.
34. *Н.М. Барон.* и др. Краткий справочник физико-химических величин. З., 1972.

35. *И.П. Алимарин, Н.Н. Ушакова*. Справочник таблицы по аналитической химии. М., 1960.
36. *Крешков А.П.*, Основы аналитической химии 3-е изд., -Т.И, -М., 1970.
37. *Ляликов Ю.С., Клячко Ю.А.*, Теоретические основы современного анализа. М., 1978.
38. *Мурашова В.И., Тананаева А.Н., Ховьякова Р.Ф.* Качественный химический дробный анализ. М., 1976.
39. *Шамякин Ф.М., Карпов А.Н., Брусенцов А.Н.*, Аналитическая химия –3-е изд. М., 1973.
40. *Файрл Ф., Антер В.*, Капельный анализ неорганических веществ –Ч.И., т 2 –М., 1976.
41. *Алимарин И.П., Ушакова Н.Н.*, Справочное пособие по аналитической химии. М., 1978.
42. *Бончев П.Р.*, Введение в аналитическую химию. Л., 1978.
43. *Алимарин И.П., Фадеева В.И., Дорохова Е.Н.* Демонстрационный эксперимент по общему курсу аналитической химии. М., 1974.
44. *Цитович И.К.*, Курс аналитической химии. М., 1985.

MAZMUNY

1. Giriş:	7
2. Analitiki täsirleşmeleriň duýgurlygy, saýlaýjylygy we aýratynlygy	11
3. Organiki däl we organiki maddalaryň analizi	16
4. Elementleri açmaklygyň usullary	18
5. Yzygiderli we drob analizleri.	31
6. Kationlaryň analitiki toparlarynyň D.I. Mendeleýewiň periodiki kanuny bilen baglanysygy.	39
7. Kationlary açmaklygyň täsirleşmeleri	44
7.1. Kationlaryň birinji topary (kaliý, natriý, ammoniý, litiý, magniý).	44
7.2. Kationlaryň ikinji topary (bariý, stronsiý, kalsiý, kati- onlary).	57
7.3. Kationlaryň üçünji topary (alýuminiý, hrom, (III), demir (III), demir (II), margnes, sink, kobalt, nikel) . .	63
7.4. I-III analitiki toparlaryň kationlarynyň garyndysynyň analizi	93
7.5. Kationlaryň dördünji toparyň.	97
7.6. Kationlaryň başinji topary	119
7.7. IV-V toparyň kationlarynyň garysygynyň analizi	131
8. Ionlary kesgitlemegiň usullary	133
8.1. Tejribäniň netijesini hasaplamak.	133
8.2. Çökündiniň emele gelmeginde goşmaça äsirleşmeler	135

8.3. Garysyk kristallaryň emele gelmegi bilen bagly bolan ýalňyslyklary ýok etmegiň ýollary	141
8.4. Çökündini ýuwmak	145
8.5. Çökündini guratmak we ýakmak	148
8.6. Mukdar analizinde ionlary bölmek	152
8.7. Kompleks birleşmäniň emele gelmegi esasynda kalsini magniden bölüp aýyrmak	155
8.8. Organiki çökdürijiniň kömegi bilen içki kompleks. . . birleşmesi emele Gelmeginiň esasynda nikeli misden bölüp aýyrmak	156
8.9. Termograwimetrik analizi.	157
8.10. Mukdar derňewindäki ýalňyslyklar	159
8.11. Yzgiderli ýalňyslyklar	159
8.12. Tötänden bolan ýalňyslyklar	160
8.13. Gödek ýalňyslyklar.	161
9. Çeküw derňewi	165
9.1. Gury garyndydaky barini kesgitlemek.	166
9.2. $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kristallogidratynda kristallan suwy kesgitlemek	168
9.3 Gury garyndydaky sulfatyň kesgitlenilşi	172
9.4 Metallaryň oksidleriniň kesgitlenilşi	174
9.5 Demiriň kesgitlenilşi	176
10. Göwrüm derňewiniň usullary.	185
10.1. Kislota-aşgar derňew	193
10.2. Okislenme-gaýtarylma titrleme derňew usuly .	213
10.3. Kompleks emele gelmegi bilen geçýän täsirleşmeleri titrlemek.	231

10.4. Çökündi emele gelmegi bilen geçýän	
titrleme usuly.	240
10.5. Goşmaça tablisalar	267
Ulanylýan edebiýatlar	295

O.M. Muhammetnazarowa, G.A. Agaýewa

IONLARYŇ KESGITLENİŞ WE BÖLÜNİŞ USULLARY

Ýokary okuw mekdepleri üçin okuw kitaby

Redaktor
Surat redaktory
Teh. redaktory
Suratçy
Neşir üçin jogapkär

A. Aşyrowa
G. Orazmyradow
T.Aslanowa

Ýygnamaga berildi 29. 04. 2010. Çap etmäğe rugsat edildi .
Möçberi 60 x 90 $\frac{1}{16}$. Ofset kagyzy. Mekdep garniturasy. Ofset çap
edildiş usuly. Şertli çap listi . Şertli reňkli ottiski . Hasap-neşir listi .
Çap listi . Sargyt . Sany 1000.

Türkmen döwlet neşirýat gullugy.
744004. Asgabat, 1995-nji köçe, 20.

Türkmen döwlet neşirýat gullugynyň Metbugat merkezi
744004. Asgabat, 1995-nji köçe, 20.