**O.M.Muhammetnazarowa, G.A.Agaýewa**

# IONLARYŇ KESGITLENIŞ WE BÖLÜNIŞ USULLARY

Ýokary okuw mekdepleri üçin okuw kitaby

*Türkmenistanyň Bilim ministrligi tarapyndan hödürlenildi*

**Aşgabat**
**Türkmen döwlet neşirýat gullugy**
**2010**

UOK 377.537
M 82

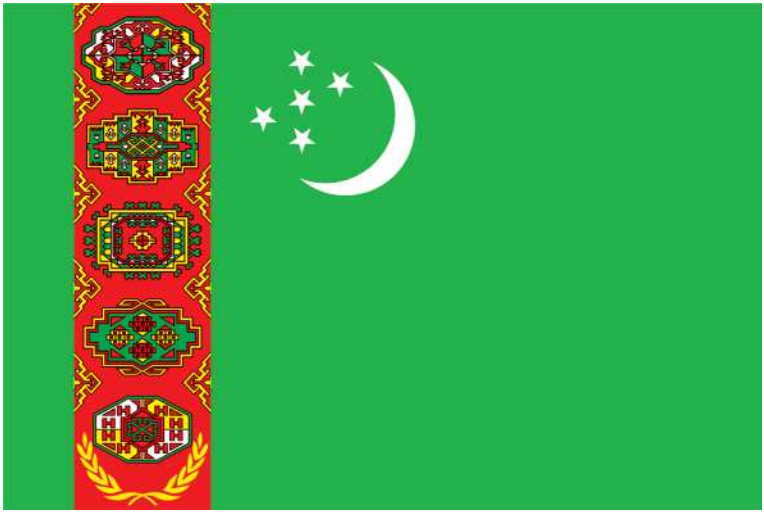
**Muhammetnazarowa O.M., Agaýewa G.A.**
M 82 **Ionlaryň kesgitlenişi we bölünişi usullary.**
Ýokary okuw mekdepleri üçin okuw kitaby. – A.:
Türkmen döwlet neşirýat gullugy, 2010.

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, garaşsyz topragyň nurdur,
Baýdagyň belentdir dünýäň öňünde.

*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 öňünde 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 düşünýän ýaşlar öz bilimleri we başarnyklary bilen Türkmenistanyň ykdysadyýetini ýokarlandyryp, Garaşsyzlygyny 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 garşysyna ulanylýan derman serişdeleri, himiki ot-iým goşundylary, aminokislotalar, beloklar, we ş.m.-ler ýaşaýşyň aýrylmaz bölegine öwrüldi. Milli maksatnama laýyklykda mineral-çig mal serişdelerini agtaryp tapmagyň, çykarmagyň we gaýtadan işlemegiň,

Türkmenistanyň çägindäki 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 taýýarlanylan «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, çözgütleri hem düşündirilýär.

Kislota-aşgar, çökdürme, kompleksonometriýa, okislenme-gaýtarma titrleme derňew usullarynyň tejribeleri esasynda nusganyň düzümi doly anyklanylýar. Okuw kitaby köpdürli himiki reaksiýalaryň deňlemelerine esaslanyp, onda nazary esaslara, häzirki zaman himiýa ylmyna, maddalaryň, birleşmeleriň gurluşyna uly üns berilýär. Şeýle hem kitapda kärhanalaryň ulanýan çig mal serişdeleriniň we öndürýän önümininiň 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 gelşi pro-

birkanyň diwarynda emele gelen kümüş şekilli simabyň damjalaryndan görünýär. Kislorodyň emele gelşi bolsa közli çöpjagazyň üsti bilen kesgitlenilyär, 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, göwrümi ölçemek arkaly kesgitlenilýär.

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

Derňew adalgasy birinji gezek iňlis alymy P.Boýl tarapyndan hödürlenilipdir. Derňew ylymda, senagatda we tehnikada uly ähmiýete eýedir. Derňewsiz topragyň, dag jynslarynyň, gazylyp alynýan ýanyjy maddalaryň, duzlaryň, kislotalaryň we esaslaryň himiki düzümlerini kesgitläp bolmaýar. Derňewiň beren netijesine esaslanyp, tejribehanalarda we önümçilikde himiki, fiziki-himiki, himiki-tehnologiki proseslerin nähili geçýändigi 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 simapdan we kisloroddan alynmagy mysal bolup biler. Sintez hem derňew ýaly näbelli maddanyň düzümini anyklamakda uly ähmiýete eýedir. Sintez derňewiň üstüni dolduryar we onuň netijesine esaslanyp, barlanýan maddanyň düzümini anyk kesgitlemäge esas döredýär.

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

Meselem, suwuň wodoroddan we kisloroddan sintezlenmegi, 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 edaralarynda tejribehanalar bolup, ol ýerde berlen obýektleriň düzümleri öwrenilýär. Köplenç, analitiki himiýa we himiki derňew düşünjesini biri-biri bilen çalşyrýarlar. 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 arabaglanyşyklydyr. 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 düzümininň 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 TÄSIRLEŞMELERIŇ 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 iň az mukdardaky maddany (iony) açyp ýa-da tapyp bilmeklige aýdylýar.

Mukdar taýdan reaksiýanyň duýgurlygy bir-biri bilen baglanyşykly bolan üç sany görkeziji bilen häsiýetlendirilýär: açmaklygyň minimumy ($m$), goýulygyň çäkligi ($C_{çäk}$) we erginiň iň 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 $mkg$ ( γ ) = 0,001$mg$ =$10^6$ $g$.

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

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

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

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

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

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

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

(1.1) formuladan $C_{\text{çägi}}$ şeýle kesgitläp bileris:

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

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

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

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

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

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

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

Eger-de iň kiçi ($C_{\text{çäkli}}$) konsentrasiýa ($C_{\text{çäk}}$) berlen bolsa, onda ($V_{\text{çägini}}$) şeýle hasaplap bolar:

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

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

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

Bu ýerde: $m$ – açmaklygyň minimumy ($mkg$), $C_{\text{çäk}}$ – barlanylýan maddanyň iň kiçi konsentrasiýasy ($g/sm^3$), $V_{\text{çäk}}$ – barlanylýan maddany gowşatmaklygyň iň soňky çägi ($sm^3/g$), $V_{\min}$ – iň soňky çäkliligine çenli gowşadylan 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.** Mikrokristalloskopiki usul boýunça alýuminiý ionyny açmaklygyň çäkli gowşatmaklygy 150000 $sm^3/g$. Berlen erginiň iň kiçi göwrümi bolsa, 0,06 $sm^3$. Alýuminiý ionyny açmaklygyň minimumyny hasaplamaly.

Çözülişi:

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

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

Cözülişi:

$$m = C_{çäk} V_{min} \cdot 1 \cdot 10^6 = \frac{1}{250000} \cdot 0{,}05 \cdot 10^6 =$$

$$= \frac{1 \cdot 5 \cdot 10^{-2} \cdot 1 \cdot 10^6}{2{,}5 \cdot 10^6} mkg = 2 \cdot 10^{-1}\ mkg = 0{,}2\ mkg$$

$$V_{çäk} = \frac{V_{min} \cdot 10^2}{m} = \frac{0{,}05 \cdot 10^6}{0{,}2}\ sm^3/\ g = 250000\ sm^3/g$$

$$C_{çäk} = \frac{1}{V_{çäk}}\ g/sm^3 = 1{:}250000\ g/sm^3.$$

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

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

Ionlary açmak üçin geçirilýän täsirleşmeleriň duýgurlylygy ulanylýan maddalaryň tebigatyna we olaryň görnüşlerine baglydyr. Munuň şeýledigini 0,05 $sm^3$ 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 *mg* hasaby bilen** | **Iň az konsentrasiýa** |
|---|---|---|---|---|
| HCl | $H[CuCl_2]$ | Ýaşyl reňk | 1,0 | 1:50 000 |
| $NH_3 \cdot H_2O$ | $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ | Gök reňk | 0,20 | 1:250 000 |
| $K_4[Fe(CN)_6]$ | $Cu_2[Fe(CN)_6]$ | Goňur reňk | 0,20 | 1:250 0000 |

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

Täsirleşmäniň açmaklyk çägini ýokarlandyrýan 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 gurşawynda

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

Täsirleşmelerde analitiki signal ýa-da netijelilik diňe açylýan iona degişli bolsa, onda oňa özbolušly (mahsus) täsirleşme diýilýär. Meselem, özbolušly 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 gyzyl 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-yň tebigatyna, reaktiwleriň yzygiderli guýulyşyna, seredilýän ergininiň konsentrasiýasyna, 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 özbaşdak pudaga bölünýär:

a) **organiki däl birleşmeleriň derňewi.** Organiki däl maddalaryň düzümi öwrenilende, esasan, elektrolitleriň suw erginleri bilen iş salşylýar. 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 ergininiň 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:

$$Ag^+ + Cl^- = AgCl^- \downarrow$$

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 molekulasynyň gurluşy hem kesgitlenilýär.

Belli bolşy 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 «patyşa 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 himiýada geçirilýän häsiýetli täsirleşmeleriň içinden täsirleşmäniň reňkiniň üýtgemegine mysal edip, $Fe^{3+}$ ionynyň açylyşyny getirmek bolar.

$$FeCl_3 + 3NH_4CNS \rightleftarrows Fe(CNS)_3 + 3NH_4Cl$$

$$Fe^{3+} + 3CNS^- \rightleftarrows Fe(CNS)_3 .$$

Täsirleşmäniň netijesinde demir rodanidiniň emele gelmegi, erginiň reňkini gyzyl 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.

$$BaCl_2 + H_2SO_4 = BaSO_4 \downarrow + 2HCl$$

$$NaCl + AgNO_3 = AgCl \downarrow + NaNO_3$$

$$Ag^+ + Cl^- = AgCl \downarrow$$

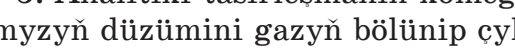
$$FeCl_3 + 3NH_4OH = Fe(OH)_3 \downarrow + 3NH_4Cl$$

$$Fe^{3+}\ 3OH^- = Fe(OH)_3 \downarrow$$

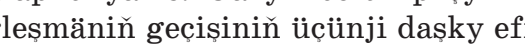
Eger-de $Ba^{2+}$, $Cl^-$, $Fe^{3+}$ ionlaryna degişli çökündi emele gelmese, onda biz bu ionlar erginde ýok diýip hasap edip bileris. Diýmek, bu ýerde himiki täsirleşmäniň geçişini görkezýän daşky effekt, ýagny analitiki signal çökündiniň emele gelmegi bolýar. Degişli çökündiniň emele gelmegi boýunça-da 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 maddamyzyň düzümini gazyň bölünip çykmagy bilen hem kesgitläp bilýäris. Gazyň bölünip çykmagy bolsa himiki täsirleşmäniň geçişiniň üçünji daşky effekti, ýagny analitiki signal bolup durýar. Meselem:

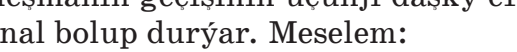
$$CaCO_3 + 2HCl = H_2O + CO_2\uparrow + CaCl_2$$



$$CO_3^{2-} + 2H^+ = H_2O + CO_2\uparrow$$



$$NH_4Cl + NaOH = H_2O + NH_3\uparrow + NaCl$$



$$NH_4^+ + OH^- = NH_3\uparrow + H_2O.$$

Kömürturşy 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 şonuň 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 aşgar bilen açylyşyny görkezmek bolar.

Köplenç, 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 görkezişi 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 gorelkasynyň ýalnynyň ýokary temperaturasynda gyzdyrmak 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, $NaNH_4HPO_4 4H_2O$ ýa-da burada $Na_2B_4O_7.10H_2O$ eredilse, bellibir reňke reňklenen aýnany (perli) emele getirýärler. Şol perliniň reňki boýunça barlanylýan maddanyň düzümine haýsy ionyň giryändigini kesgitläp bilýäris.

Meselem, kobaltyň birleşmeleri gök reňk, marganesiň birleşmeleri mawy ameotist, demriň birleşmeleri sary-goňur, nikeliň birleşmeleri gyzyl-goňur, hromuň birleşmeleri zümerret-ýaşyl reňkleri berýärler. Perliniň alnyşynyň usulyýeti örän ýönekeý we onuň bilen tejribe geçirilende aňsat tanşyp bolýar.

**2. Ýalnyň 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 açyk mawy, rubidiniň we seziniň duzlary gülgüne mawy, litiniň we stronsiniň duzlary karmin-gyzyl, bariniň duzlary sarymtyl-ýaşyl, kalsiniň duzlary gyzyl 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 müdüri bolup işläp ýörkä işläp düzüpdir.

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

madda emele gelýär. Emele gelen maddanyň reňki boýunça hem barlaýan ionymyzyň bardygyny kesgitläp bilýäris. Meselem: kobalt $Co^{2+}$ ionyny açmak üçin kobalt hloridiniň $CoCl_2$ birnäçe kristalyny, ammoniý rodanidiniň $NH_4CNS$ kristaly bilen sokuda owradýarlar. Kompleks duzuň $(NH_4)_2[Co(CNS)_4]$ emele gelmegine görä garyşdyrylan madda gök reňk alýar. Aşakdaky täsirleşmäniň netijesinde gök reňkiň emele gelmegi barlanylýan madda-da $Co^{2+}$ ionynyň bardygyny görkezýär:

$$CoCl_2 + 4NH_4CNS = (NH_2)_2\,[Co(CNS)_4] + 2NH_4Cl.$$

*gök reňk*

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

$$FeCl_3 + 3NH_4CNS = Fe(CNS)_3 + 3NH_4Cl$$

*goýy gyzyl reňk*

$$Fe^{3+} + 3CNS^- = Fe(CNS)_3.$$

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

$$2CrCl_3 + 3NH_4CNS = Cr(CNS)_3 + 3NH_4Cl.$$

sary reňk

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

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

$$CH_3COONa + NaHSO_4 = Na_2SO_4 + CH_3COOH.$$

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 goşmaça bolup, olaryň kömegi bilen barlanylýan maddalaryň düzümi çalt we çak bilen kesgitlenilýär.

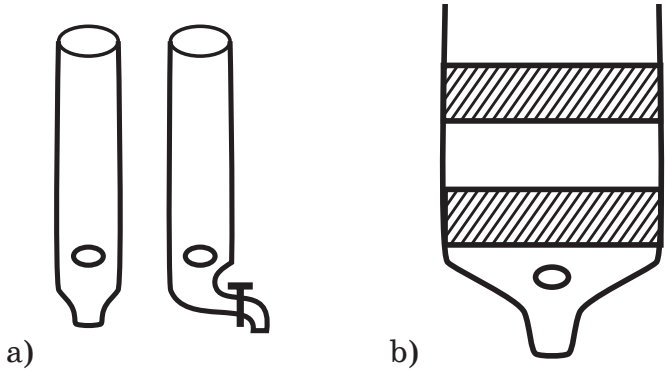
Himiki usul bilen geçirilýän analiz özleriniň çaltlygy boýunça hemişe önümçiligiň talabyny üpjün edip bilmeýär, çünki käbir ýagdaýlarda tehnologiki prosesini öz wagtynda barlap, ony tiz düzeder ýaly we zaýa önüm goýbermezlik üçin analizleri örän tiz geçirmek gerek bolýar. Şonuň üçin hem himiki usul bilen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

Analizi fiziki usuly maddanyň himiki düzümininiň onuň aýratyn fiziki häsiýetlerine baglydygyna esaslanandyr. Fiziki usula analizine spektral, lýuminessent analizleri mysal bolup biler. Spektral analizinde barlanýan maddamyz gorelkanyň ýalnyna tutulanda, emele gelýän spektr şöhleleri öwrenilýär. Her bir elemente degişli bolan spektr şöhlesiniň tolkun uzynlygy boýunça barlanýan 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.

Lýuminessent analizinde barlanýan madda ultramelewşe şöhlä tutulsa, maddada lýuminessent ýagtylanma (sweçeniýe) gözegçilik edilýär. Ultramelewşe şöhläniň çeşmesi bolup, görünýän şöhleleri özünde saklaýan swetofiltrli (ýagtylyk süzgüçli) simap-kwars çyrasy hyzmat edýär. Lýuminessent analiz spektral analiza garanyňda 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 hödürlenendir. 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-dürlüdir. 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 kesgitläp 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 | Ergininiň 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. Özüniň geçiriliş şertine görä mikro usuly şu aşakdaky usullara bölünýär:

a) mikrokristalloskopik analiz;

b) damja analizi;

Mikrokristalloskopik analiziň esasyny 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 Ýegorowiç Lowis tarapyndan ösdürilýär we duzlaryň kristallarynyň formasyny öwrenmek üçin hödürlenýär. Lowisden soň bu usuly ösdürmäge rus alymy Pýotr Nikolaýewiç Ahmetow başlaýar. Onuň 1971-nji ýylda «Himiki barlag üçin mikroskopy ulanmak» diýen işi çap edilýär.

XX asyryň başlarynda bu usul akdemik D.S. Belýankin tarapyndan giňden ulanylýar. Soňra bu usuly rus kristallografy 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 iş alyp barýar. Onuň 1947-nji ýylda «mikrokristalloskopiýa» diýen gollanmasyny çap edilýär. Mikrokristalloskopiýa häzirki wagtda özbaşdak bir ylmy derse öwrüldi.

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

Kalsiý $Ca^{2+}$ ionynyň açylyşyna mysal:

$CaCl_2 + H_2SO_4 = \downarrow CaSO_4 + 2HCl$

$Ca^{2+} + SO_4^{2-} = \downarrow CaSO_4$.

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

$KCl + Na\,HC_4H_4O_6 = \downarrow KHC_4H_4O_6 + NaCl$

$K^{+} + HC_4H_4O_6 = \downarrow KHC_4H_4O_6$.

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, bellibir ionlara täsir edijiligi 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 esasyny 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 esaslanýar. Süzgüç kagyzynyň ak reňkli bolmagy, täsirleşmäniň netijesinde emele gelen maddany oňat görmeklige kömek edýär. Eger emele gelýän madda doly eremedik bolsa, onda ol kagyzyň 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 wagt 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 gyzdyrmaklyk hem talap edilýär. Şonuň üçin täsirleşme geçirilen süzgüç kagyzyny daşrakdan mikrogorelkanyň ýalnyna tutup gyzdyrýarlar.

Käwagtlarda damja analizi mikroprobirkada ýa-da mikrotigelde (kiçi göweçde) geçirilýär. Bu ýagdaýlarda gyzdyrmaklygy 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 kagyzynyň üstünde emele gelen tegmili şonuň ýaly reagentler bilen işlejek bolsalar, onda birnäçe sekund süzgüç kagyzyny güýçli ammiak, duz kislotasyny ýa-da brom suwuny saklaýan çüýşejigiň 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 açylyşyny, ammoniý rodanidiniň $NH_4CNS$ kömegi bilen geçirilse, süzgüç kagyzynyň üstünde gök reňkli tegmil emele gelýär.

2. Dimetilglioksimiň kömegi bilen nikel $Ni^{2+}$ ionynyň açylyşy. Nikel ionynyň barlygynda süzgüç kagyzynyň 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

$(NH_4)_2HPO_4$-üň ergini siňdirilen kagyzda 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 gurşawynda kagyzyň üstünde emele gelen melewşe reňkli tegmiliň üstünde gyzyl reňkli tegmil emele gelýär.

Damja usuly diňe hil analizinde ulanylman, ýarymmukdar 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 ergininiň damjasyny we reagenti guýýarlar. Damja analizinde süzgüç kagyzyny ulanmaklyk diňe analiziň gowy geçmegine ýardam etmän, analizi geçirmek üçin gerekli bolan gurşawy hem kesgitlemek kynçylygyny ýeňilleşdirýär. Munuň üçin, süzgüç kagyzynyň üstündäki damjanyň ýanyna kislotanyň damjasyny damdyrýarlar. Damjalaryň ýaýraýan zolagynda dürli pH-ly gurşaw emele gelýär. Haçanda degişli pH gurşawy 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 kagyzyny alyp, täsirleşmäni şonuň 2-nji we 3-nji gatlagynda geçirýärler. Täsirleşme süzgüç kagyzynyň üstünde geçirilende kagyzda 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 ulanylyşy ýaly damja analizinde hem yzygiderli analiziň geçirilişi 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 gurşawa giňden baglydyr. Organiki damja analizi üçin giňden ulanylýan organiki reagentleriň esasylaryny 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 | lantonidler we başgalar | β – naftol rodizonly natriý | Ba, Sr,Pb |
| Benzidin | Au, Cu, Cr, Mn | Kaliý rodanidi | Co, Fe, Mo, V |
| Dimetilgliok-sim | Ni, Fe, Pd | Rubinawodo-rod kislotasy | Co, Cu, Ni |
| Ditizon | Ag, Cu, Hg, Pb, Zn başgalar | Tiomoçewina | Bi |
| Difenilkarba-mid | Cr, Cd, Hg | | |
| Kaliý iodidi | Bi, Fe, Pb | Hinalizarin | Be |
| Metil mämişi | Sb, Fe, Hg, Zn | | |

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

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

elementleri açmaklygyň usulyýeti hem-de molekulalarynda funksional toparlary $OH^-$, $COOH^-$, $NO^-_2$, $NO^-_3$, $NH^-_2$ saklaýan köp organiki maddalary açmaklygyň usulyýeti düzülendir. Damja analizi başga-da dürli meseleleri çozmekde giňden ulanylýar. Damja usuly akademik I.P. Alimarin tarapyndan hödürlenendir. 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 reaktiwi diýip at berilýän reaktiwler ulanylýar. Analiziň gidişinde öz häsiýetleri boýunça biri-birine ýakyn bolan ionlary açyp ýa-da gerek bolsa çökdürip bilýän reaktiwe toparyň toparlaýyn reaktiwi diýilýär. Her bir toparyň toparlaýyn reaktiwi bilen çökdürilen çökündiler täzeden eredilip, düzümindäki ionlar mahsus täsirleşmeleriň kömegi bilen açylýar. Toparyň toparlaýyn reaktiwleriniň ýene-de bir gowy tarapy, eger-de barlaýan ionlarymyz, toparyň toparlaýyn reaktiwleri bilen otrisatel täsirleşme berseler, onda biz barlaýan toparymyzyň ionlary erginde ýok diýen netijäni çykaryp bileris. Toparyň toparlaýyn reagentleriniň saýlanyp alnysyna görä, ionlaryň toparlara bölünişiniň birnäçe shemasyny bermek bolar. Şoňa görä-de, yzygiderli analiz dürli-dürli bolup biler.

Aşakda berlen shema boýunça kationlar sulfidlere, karbonatlara, hloridlere we gidroksidlere gatnaşyklaryna gö rä 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 $(NH_4)_2CO_3$ + ($NH_4OH$ + $NH_4Cl$) ulanylýar (erginiň gurşawy 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 ammoniniň sulfidi ($(NH_4)_2S$ + $NH_4OH$ + $NH_4Cl$) ulanylýar (duzlaryň erginleriniň gurşawy pH= 8-9 bolmalydyr.)

## Kationlaryň IV analitiki topary

Kationlaryň dördünji analitiki toparyna $Ag^+$, $Pb^{2+}$, $[Hg_2]^{2+}$, $Hg^{2+}$, $Cu^{2+}$, $Cd^{2+}$, $Bi^{3+}$ 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) bäşinji toparlarda ýerleşendirler. Bu toparyň toparlaýyn reagenti kislota gurşawynda kükürt-wodoroddyr ($H_2S$) (erginiň gurşawy pH= 0,5 bolmaly).

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

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

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

## Kationlaryň V analitiki topary

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

Bäşinji analitiki toparyň sulfidleri (gurşunyň sulfidinden PbS başgasy) kislota häsiýetini ýüze çykarýarlar we aşgar metallaryň sulfidlerinde eräp, tioduzlary emele getirýärler. Bu häsiýetleri olary dördünji toparyň sulfidlerinden tapawutlandyrýar, sebäbi dördünji toparyň 2-nji toparçasynyň sulfidleriniň esasy häsiýetleri olaryň aşgar metallaryň sulfidlerinde eremeýänligidir. Şu häsiýetlerine görä yzygiderli drob analizinde dördünji toparyň 2-nji toparçasynyň kationlaryny bäşinji toparyň kationlaryndan bölüp aýyrmak bolýar. Bu toparyň toparlaýyn reagenti bolup hem kükürtwodorod $H_2S$ hyzmat edýär (erginiň gurşawy 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 gurşawynda kükürt wodorod ($H_2S$) hyzmat edýär (gurşawyň 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 çökdürip aýyrýarlar. Şoňa görä-de, bu toparçany V topar, toparyň toparlaýyn reagentini bolsa, duz kislotasy diýip hasaplaýarlar.

Analiziň kükürtwodorod usuly boýunça kationlaryň toparlara bölünişiniň 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 tablisa*

**Kationlaryň kükürtwodorod analiz shemasy boýunça bölünişi**

| 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, magnininň esas karbonaty ammoniý duzunyň ergininde ereýär. |
| II | $Ba^{2+}$, $Sr^{2+}$,$Ca^{2+}$ | $(NH_4)_2$ $CO_3$ | $BaCO_3$, $SrCO_3$, $CaCO_3$ | Sulfidleri suwda ereýärler: karbonatlary suwda eremeýärler. |

*3-nji a tablisanyň dowamy*

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|---|---|---|---|
| III | $Al^{3+}$, $Cr^{3+}$, $Fe^{3+}$, $Fe^{2+}$, $Mn^{2+}$, $Zn^{2+}$, $Co^{2+}$, $Ni^{2+}$ | $(NH_4)_2S$ pH › 7 | $Al_2O_3$ $H_2O$ $Cr_2O_3$ $H_2O$ $Fe_2S_3$, MnS CoS, NiS, FeS | Sulfidleri (ýa-da gidroksid-leri) suwda eremeýärler, gowşadylan 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) | $H_2S$ pH= 0,5 | CuS,CdS, HgS, $Bi_2S_3$, $AS_2S_3$, $Sb_2S_3$, SnS, $SnS_2$ | Sulfidleri gowşadylan kislotalarda eremeýärler; 2-nji toparçanyň kationlarynyň sulfidleri ammoniý polisulfi-dinde eräp, tioanionlary emele getirýärler. |
| V | $Ag^{+}$, $Pb^{2+}$, $Hg_2^{2+}$ | HCl | AgCl, $PbCl_2$ , $Hg_2Cl_2$ | Hloridleri we sulfidleri suwda we gowşadylan kislotalarda eremeýärler. |

Kationlary toparlara bölmek üçin ýene giňden ulanylýan 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 aýyrýarlar, 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 $Ag^{+}$, $Pb^{2+}$, $[Hg_2]^{2+}$ kationlaryny eremeýän hloridler görnüşinde çökdürýärler.

*4-nji tablisa*

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

| 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 ereýärler. |
| II | $Ba^{2+}$, $Sr^{2+}$, $Cd^{2+}$ | $H_2SO_4$ | $BaSO_4$, $SrSO_4$ ($CaSO_4$) | Sulfatlar suwda we gowşadylan kislotalarda eremeýärler. |
| III | $Ag^{+}$, $Pb^{2+}$, $Hg_2^{2+}$ | HCl | AgCl, $PbCl_2$, $Hg_2Cl_2$ | Hloridler suwda we gowşadylan 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), $Bi^{3+}$ | $NH_3$, $H_2O_2$ | $Fe_2O_3 \cdot H_2O$, $MnO(OH)_2$ $Bi_2O_3 \cdot H_2O$, $HSbO_3$ | Gidroksidler artykmaç alnan ammiakda eremeýärler. |
| VI | $Cu^{2+}$, $Cd^{2+}$, $Hg^{2+}$ $Co^{2+}$, $Ni^{2+}$, $Mg^{2+}$ | $NH_3$, $H_2O_2$ | $Cu(NH_3)_4^{2+}$ $Cd(NH_3)_4^{2+}$ $Hg(NH_3)_4^{2+}$ $CO(NH_3)_6^{3+}$ $Ni(NH_3)_6^{2+}$ $H)_6^{2+}$ $Mg^{2+}$ | Gidroksidler artykmaç alnan ammiakda ereýärler, magnininň 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 birleşmeleriniň 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 $Ba^{2+}$, $Sr^{2+}$, $Ca^{2+}$, $Mg^{2+}$, $Mn^{2+}$, $Fe^{2+}$ | $(NH_4)_2HPO_4$ $NH_3$ | $BaHPO_4$, $SrHPO_4$, $CaHPO_4$, $MgNH_4PO_4$, $MnNH_4PO_4$, $FeHPO_4$ | Fosfatlar suwda we ammiakda eremeýärler. 1-nji toparçanyň kationlarynyň fosfatlary uksus kislotasynda ereýärler. |
| | 2-nji toparça $Al^{3+}$, $Cr^{3+}$, $Fe^{3+}$, $Bi^{3+}$ | | $AlPO_4$, $CrPO_4$, $FePO_4$, $BiPO_4$ | 2-nji toparçanyň kationlarynyň fosfatlary uksus kislotasynda eremeýärler, duz kislotasynda 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 ereýarler. |
| IV | As(III), As(V), Sb(III), Sb(V), Sn(III), Sn(V) | $HNO_3$ | $HSbO_3$, $H_2SnO_3$ $H_3ASO_4$ | Metasürme we metagalaýy kislotalary suwda eremeýärler we myşýak kislotasyny adsorbirleýärler. |

*5-nji tablisanyň dowamy*

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|---|---|---|---|
| V | $Ag^{+}$, $Pb^{2+}$, $Hg_2^{2+}$ | HCl | AgCl,$PbCl_2$, $Hg_2Cl_2$ | Hloridler suwda we gowşadylan kislotalarda eremeýärler. |

## 6. KATIONLARYŇ ANALITIKI TOPARLARYNYŇ D.I.MENDELEÝEWIŇ PERIODIK KANUNY BILEN BAGLANYŞYGY

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

Kationlaryň kükürtwodorod usuly boýunça analitiki bölünişi elementleriň periodik kanuny bilen ýakyndan baglanysyklydygy has hem oňat görkezýär. Kationlaryň kükürtwodorod usuly boýunça bölünişi rus himigi N.A. Menşutkin (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, iň ahyrynda bolsa I toparyň kationlary analiz edilýär. Emma analitiki toparlaryň kationlarynyň täsirleşmeleri öwrenilende bolsa I topardan başlanylyp, ýönekeý materiallardan kem-kemden çylşyrymly materiallara geçilýär we şonuň bilen birlikde hem ýuwaş-ýuwaşdan nazary materiallar özleşdirilýär.

Kationlary toparlara bölmegiň hemme shemalarynyň

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

Dürli shemalar boýunça kationlaryň toparlara bölünişiniň içinde iň ýörgünlilerinde kükürtwodorod we kislota-aşgar 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 $(NH_4)_2S$ 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 $[(NH_4)_2S]$ bilen gidroksid görnüşinde çökýänleri özleriniň iň soňky elektron gatlaklarynda dolan 2 ýa-da 8 sany elektrony saklaýarlar. III-V analitiki toparlaryň eremesi kyn sulfidleri emele getirýän kationlary, özleriniň iň 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 öňündäki 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 öňünde 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. Mendeleýewiň periodik sistemasynda ýerleşişiniň baglanyşyklylygy 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 ýakyndan baglanyşyklygy 6-njy tablisada oňat görkezilen. Bu tablisada az ereýän birleşmeleri emele getirýän ionlaryň, ýagny toparlaýyn reagentleriň anionlarynyň düzümine giriýän hlor, kükürt we kislorod atomlary bilen birleşişleri görkezilen.

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

*6-njy tablisa*

**Kükürtwodorod shemasy boýunça kationlaryň analitiki toparynyň elementlerininiň periodik sistemasynyň topary bilen baglanyşygy**

| 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), $Sl^{3+}$, Jr(IV), Hf(IV) | $Cr^{3+}$, $Fe^{3+}$ | | |
| $CO_3^{2-}$ (karbonat-ion) | $Mg^{2+}$, $Ca^{2+}$, $Sr^{2+}$, $Ba^{2+}$, | | | |
| $H_2O$ (suw) | $Na^{+,}$ K, $Rb^+$, $Cs^+$ | | | |

*7-nji tablisa*

**Kislota-aşgar shemasy boýunça kationlaryň analitiki toparynyň elementleriniň periodik sistemasynyň topary bilen özara baglanysygy**

| Topar | IA, IIA, IIIA(B), IVA | VA, VIIA, VIII | I B, II B | IIIB, VB |
|---|---|---|---|---|
| | | Elektron gurluşy | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Atom(toparlaýyn reagent) | $S^2$ $P^6$ | $S^2$ $P^6$ $d^4$ | $S^2$ $P^6$ $d^{10}$ | $S^2$ $P^6$ $d^{10}$ $S^2$ ($S^2$ $P^6$ $d^{10}$) |
| $Cl^-$ (hlor-ion) | | | $Ag^+$, $Hg_2^{2+}$ | Te, $Pb^{2+}$ |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|---|---|---|---|
| $NH_3$ (ammiak) | | $Co^{2+}$, $Ni^{2+}$ | $Cu^{2+}$, $Zn^{2+}$, $Cd^{2+}$, $Hg^{2+}$ | |
| $OH^-$ (gidroksid-ion) | $Mg^{2+}$, $Al^{3+}$, $Se^{3+}$, Ti(IV), Jr(IV), Hf(IV) | $Cr^{3+}$, $Mn^{2+}$, $Fe^{2+}$, $Fe^{3+}$ | | Sn(II, IV) Sb(III, V) $Bi^{3+}$ |
| $SO_4^{2-}$ (sulfat-ion) | $Ca^{2+}$, $Sr^{2+}$, $Ba^{2+}$ | | | $Pb^{2+}$ |
| $H_2O$ (suw) | $Li^+$, $Na^+$, 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 öňki 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 öňünde tutulman, olaryň aýratynlygy hem göz öňünde tutulmalydyr. Iony başga islendik ionlaryň barlygynda – gatnaşmagynda açyp bolýan bolsa, onda oňa berlen ionyň aýratyn – hususy täsirleşmesi diýilýär.

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

$NH_4Cl + NaOH = NaCl + H_2O + NH_3 \uparrow$.

Ammiak gazynyň 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 garyşygynda 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 ionynyň täsirleşmeleri

**1.** ***Natriý gidrotartraty*** $NaHC_4H_4O_6$ ýa-da çakyr kislotasy $H_2C_4H_4O_6$ kaliý iony bilen ak kristal çökündi – $KHC_4H_4O_6$ emele getirýär:

$$KCl + NaHC_4H_4O_6 = KHC_4H_4O_6 + NaCl$$

ýa-da

$$K^+ + HC_4H_4O_6^- = KHC_4H_4O_6.$$

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

$$KHC_4H_4O_6 + HCl = KCl + H_2C_4H_4O_6$$

$$KHC_4H_4O_6 + KOH = K_2C_4H_4O_6 + H_2O.$$

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

Reaksiýany geçirmek. Probirka KCl ýa-da $KNO_3$ duzunyň 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 aşgarlaryň täsirini barlaň. Onuň üçin ergini bulap, ony üç probirka bölüň. Birinjä 1-2 damja güýçli aşgar, 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) $Na_3[Co(NO_2)_6]$ kaliý iony bilen sary kristal çökündi $K_2Na[Co(NO_2)$ geksanitro (III) kobaltyň natriý-kaliý kompleks duzuny emele getirýär:

$$2KCl + Na_3[Co(NO_2)_6] = K_2Na[Co(NO_2)_6] \downarrow + 2NaCl$$

ýa-da

*Ion deňlemesi* $2K^+ + Na^+ + [Co(NO_2)_6]^{3-} = K_2Na[Co(NO_2)_6]$.

Täsirleşmäni geçirmek üçin $Na_3[Co(NO_2)_6]$ 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 öwrülen ergin ulanmak üçin ýaramsyzdyr. Çökündi uksus kislotasynda eremeýär, ýöne gyzdyrylanda güýçli kislotalarda eräp, azotly kislotany emele getirýär. Azotly kislota aňsat dargaýar we şol wagtyň özünde Co(III)-niň tä Co(II)-ä çenli gaýtarylmagy bolup geçýär:

$$2K_2Na[Co(NO_2)_6] + 6H_2SO_4 = 2K_2SO_4 + Na_2SO_4 +$$
$$+ 12HNO_2 + Co_2(SO_4)_3.$$
$$Co_2(SO_4)_3 + HNO_2 + H_2O = 2CoSO_4 + HNO_3 + H_2SO_4$$
$$2HNO_2 = H_2O + NO + NO_2.$$

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

$$K_2Na\,[Co(NO_2)_6] + 3NaOH = Co\,(OH)_3 + 2KNO_2 + 4NaNO_2.$$

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).

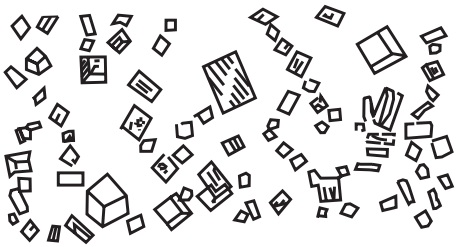
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 2-3 damja kaliý ionyny saklaýan erginiň üstüne, 2-3 damja reagent guýýarys we suw banýasynda (içi suwly gapda) azrak gyzdyrýarys.

Sary çökündi emele gelýär. Eger-de ergin güýçli turşy gurşawynda bolsa, onda onuň üstüne tä pH= 4-5 bolýança natriý asetatyny guýmaly. Erginde $NH_4^+$ ionyň bolmagy şu täsirleşmäni geçirmäge päsgel beryär, sebäbi $NH_4^+$ iony hem şu reagent bilen sary kristal çökündini emele getirýär:

$$2NH_4Cl + Na_3[Co(NO_2)_6] = \downarrow (NH_4)_2Na[Co(NO_2)_6] + 2NaCl.$$

$Mg^{2+}$ iony reagent bilen ereýän birleşmäni emele getirýänligi sebäpli kaliniň açylmagyna päsgel bermeýär. Şeýlelikde, kaliý kationyny $Na_3[Co(NO_2)_6]$ reagent bilen açmak üçin täsirleşmäni bitarap ýa-da uksusturşy gurşawynda geçirmeli. Erginde $Mg^{2+}$ saklansa-da $NH_4^+$ ionlary saklanmaly däldir. Eger-de erginde $NH_4^+$ ionlary bar bolsa, onda ony gyzdyrmak, bugartmak bilen ergininiň düzüminden aýyrmaly.

**3. $Na_2Pb[Cu(NO_2)_6]$** ***reaktiwi bilen mikrokristalloskopik täsirleşme.*** Eger-de kaliniň duzunyň erginine $Na_2Pb[Cu(NO_2)_6]$ erginini täsir etdirsek, gara ýa-da goňur dörtburçluk şekilli kristallar (*2-nji surat*) $K_2Pb[Cu(NO_2)_6]$ emele geler.



**2-nji surat.**
$K_2Pb[Cu(NO_2)_6]$ kristallary

Kaliniň açylmak derejesi – 0,15 *mkg*. Çökündiniň emele gelmegine $NH_4^+$ iony päsgel beryär.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. Predmet aýnasynyň üstüne bir damja kaliý ionyny saklaýan ergin damdyrylýar. Onuň gapdalynda bolsa bir damja reagentiň ergini $Na_2Pb[Cu(NO_2)_6)$ ýerleşdirilýär. Aýna taýajygynyň kömegi bilen damjalar garyşdyrylýar we biraz wagt garaşylýar. Soň emele gelen kristallara mikroskop astynda seredilýär.

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

Bu tejribäni geçirmek üçin aýna taýajygyna berkidilen platinanyň ujy öwrülen simjagazyny reňksiz ýalna eltmeli. Eger simjagaz arassa bolsa, onda ýalnyň reňki üýtgemeýär. Eger-de simjagaz arassa bolmasa, onda duz kislotasyna sokup, soň ýalna tutmaly we ýalnyň 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 ýalnyň reňkiniň üýtgeýşine syn etmeli. Käwagtlar ýalnyň reňki oňat görner ýaly gök aýnanyň ýa-da ýörite taýýarlanylan «indigo prizmasynyň» ergininiň üsti bilen seredilýär. Şonda kaliniň, natriniň bardygyny hem anyklap bolýar, sebäbi gök aýna ýa-da indigonyň ergini natriniň sary reňkini, ýagny şöhlesini özüne çekip alýar. Kaliniň açylmak derejesi 0,001 *mkg*-a deňdir.

## Ammoniý ionynyň täsirleşmeleri

**I.** ***Kaliý (natriý) gidroksidi.*** Ammoniniň duzunyň erginine aşgar täsir etdirip gyzdyrsak, 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:

$$NH_4Cl + NaOH = NH_4OH + NaCl$$

ýa-da

$$NH_4^+ + OH^- = NH_3 \uparrow + H_2O.$$

Bölünip çykýan ammiagy Hg (I) duzunyň $Hg_2(NO_3)_2$ ergini siňdirilen lakmus kagyzyndan geçirmek arkaly anyklap bolar:

$$2Hg_2(NO_3)_2 + 4NH_3 + H_2O = \left[ O \begin{matrix} Hg \\ Hg \end{matrix} NH_2 \right] NO_3 + \downarrow$$

$$2Hg + 3NH_4NO_3$$

ýa-da

*nitratoksidimerkurammoniý*

$$2[Hg_2]^{2+} + 4NH_3 + H_2O = \left[ O \begin{matrix} Hg \\ Hg \end{matrix} NH_3 \right] + 2Hg + 3NH_4^+ .$$

Kompleks kation $[OHg_2NH_2]^+$, $NH_6^+$ ionynyň iki wodorod atomynyň iki zarýadly topara çalyşmagyndan emele gelýär. Emele gelen birleşmä $[OHg_2NH_2]\ NO_3$ oksodimerkurammoniý diýilýär. Simabyň ýönekeý kiçijik bölejiklerininň bölünip çykmagy sebäpli, kagyz gara reňke öwrülýär. Ammoniý ionynyň açylmak derejesi –0,2 *mkg*. Ammoniý ionynyň ammiak gazynyň bölünip çykmagy boýunça açylyşy duýgur täsirleşmä degişlidir.

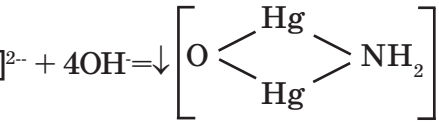
***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.*** Ammiagyň örän az mukdaryny görmek üçin gaz kamerasy ulanylýar. Predmet aýnasynyň üstünde beýikligi we diametri 1sm bolan aýna silindri goýular. Silindriň içinde 1-2 damja ammoniý ionyny saklaýan ergin ýerleşdirilýär we onuň üstüne ýuwaşlyk 1-2 damja 2 molýar NaOH ýa-da KOH ergini bilen silindriň ýokary gyrasyna degirmän damdyrylýar. Silindriň agzyna $Hg_2(NO_3)_2$–niň ergini siňdirilen süzgüç kagyzy ýa-da öl indikator kagyzy ýelmeşdirilen aýna gapajygy ýapylýar.

**2.** ***Nesleriň reaktiwi.*** Nesleriň reaktiwi aşgar gurşawynda ammoniý iony bilen goňur-mämişi reňkli çökündini emele getirýär:

$$NH_4Cl + 2K_2[HgJ_4] + 4KOH = \uparrow \left[ O \begin{matrix} Hg \\ Hg \end{matrix} NH_2 \right] J + 7KJ +$$

$$+ KCl + 3H_2O$$

ýa-da



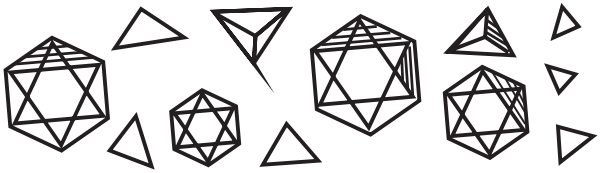
$$NH_4^+ + 2[HgJ_4]^{2-} + 4OH^- = \downarrow \left[ O \begin{matrix} Hg \\ Hg \end{matrix} NH_2 \right] J + 7J^- + 3H_2O.$$

Eger-de ammoniý ionynyň goýulygy örän az bolsa, onda çökündi emele gelmän, ergin mämişi reňke öwrülýär. 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 reaktiwi 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.** ***Mikrokristalloskopik täsirleşme.*** Natriý iony pH=7 gurşawda sink ýa-da sinkuranilasetat – $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$ bilen birleşip, tetraedrik ýa-da oktaedrik şekilli sarymtyl kristaly $NaZn(UO_2)_9\ (CH_3COO)_9 \cdot 9H_2O$ emele getirýär. $M = Zn^{2+}$ ýa-da $Ni^{2+}$ (*3-nji surat*).



**3-nji surat.** $NaZn(UO_2)_9(CH_3COO)_9 \cdot 9H_2O$ kristallary

Natriniň açylmak derejesi –0,1 mkg. $Zn^{2+}$Hg(I), $Ag^+$, Sb(III) ionlary şu reagent bilen çökündi beröändigi 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/dm³* möçberinden köp bolsa täsirleşmäniň geçmegine päsgel berýärler. Päsgel berýän ionlary ergininiň 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 gowşak flýuoressirlenýär we gaty halynda oňat görünýän açyk sarymtyk-ýaşyl flýuoressensiýa berýär. Şoňa görä-de, natriý üçin täsirleşmäni damja usuly bilen süzgüç kagyzynda geçirmän, predmet aýnajygynyň üstünde geçirmek amatly bolýar. Natriniň açylmak derejesi 0,03 mkg. Bu täsirleşme ýeterlikli saýlaýjy we duýgurdyr. Şuňa meňzeş 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 5g/dm³ möçbere çenli saklansalarda natriniň açylmagyna päsgel bermeýärler.

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.*** Predmet aýnasynyň üstünde bir damja natriý ionyny saklaýan ergini we sink uranilasetatyň uksus turşusynyň erginini ýerleşdirýärler. Şonuň üstünden ultramelewşe şöhle (UFS-3 ýa-da UFS-6) goýberilende ýaşyl renkli ýagtylanma görünýär.

**3.** ***Ýalnyň reňklenmegi.*** Natriniň duzy (NaCl) gaz ýalnyny 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:

$NaCl + KH_2SbO_4 = NaH_2SbO_4\downarrow + KCl.$

***Işiň ýerine ýetirilişi:*** Natriý duzunyň ergininden 5-6 damja alyň, şonça göwrümde kaliý digidroantimonatynyň $KH_2SbO_4$ ergininden goşuň we probirkanyň diwaryny aýna taýajygy bilen sürtüň. Şeýle edilende ak kristal şekilli natriý digidroantimonatynyň çökündisi çökýär.

**Işi ýerine ýetirmegiň şertleri:**

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

2. Ergininiň gurşawy bitarap ýa-da gowşak 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 – $Li_2CO_3$:

$2Li+ + CO_3^{2-} = Li_2CO_3\downarrow$

Çökündi mineral we uksus kislotasynda ereýär. Litiý karbonaty ergine ammoniý duzlary gatnaşanda çökündi emele getirmeýär. $K^+$, $Na^+$ ionlary bolsa şol reaksiýanyň geçmegine päsgel bermeýärler.

**2.** ***gidrofosfaty Natriý*** $Na_2HPO_4$ bitarap ýa-da gowşak aşgar gurşawda litiý iony bilen $Li_3PO_4$ litiý fosfatynyň ak çökündisini beryär:

$3Li^+ + 2HPO_4^{2-} = Li_3PO_4 + H_2PO_4^-$ .

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

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

$K^+ + H_2C_4O_6 \leftrightarrow KHC_4H_4O_6 + H^+$.

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 – gurşawda suwda ereýän kompleks birleşmäni Zi : R = I:I gatnaşykda emele getirýär.

Toron aşgar gurşawda mämişi gyzyl reňkde bolýar, toronyň litiý bilen kompleksi sary reňkli bolýar. Kompleksdäki baglanyşygyň tebigaty belli däl. Emele gelen kompleks birleşme hloroform, butanol, amilasetat bilen ekstragirlenmeýär. Täsirleşmäni suw-aseton gurşawynda (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 ýetirilişi.*** 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 gyzyl mämişi reňkinde galýar *(boş tejribe bilen deňeşdirip göruň)*.

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 gurşawynda 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.** ***Ýalnyň reňklenmegi.*** Litiniň uçujy duzlary (LiCl, $LiNO_3$) gaz gorelkasynyň ýalnyny gyzyl-karmin reňke öwürýär. Spektroskopda dogry seredilende 670 nm-däki çyzygy görmek bolýar.

## Magniý ionynyň täsirleşmeleri

**1.** ***Natriý gidrofosfaty*** $Na_2HPO_4$ ammoniý iony bilen pH = 9 gurşawda $NH_3$ ergininiň gatnaşmagynda ak kristal şekilli çökündi $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$-ny emele getirýär:

$$MgCl_2 + Na_2HPO_4 = MgHPO_4\downarrow + 2NaCl$$

$$MgCl_2 + Na_2HPO_4 + NH_3 = MgNH_4PO_4 + 2NaCl$$

ýa-da

$$Mg^{2+} + NaHPO_4^{2-} + NH_3 = MgNH_4PO_4.$$

Güýçli aşgar gurşawda täsirleşme geçirilmeli däldir, sebäbi pH>10 bolanda $Mg(OH)_2$ we $Mg_3(PO_4)_2$ 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:

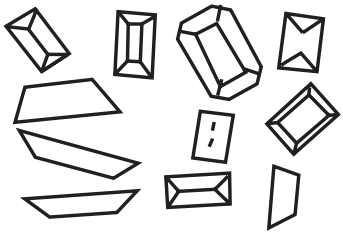
$$MgNH_4PO_4 + 3HCl = H_3PO_4 + MgCl_2 + NH_4Cl$$

$$MgNH_4PO_4 + 2CH_3COOH = Mg(CH_3COO)_2 + NH_4H_2PO_4.$$

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

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.*** 1-2 damja magniý ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja 2M HCl, I damja $Na_2H$--$PO_4$ erginleri guýulýar we bulamak bilen I damjadan 2M $NH_3$ erginini tä ammiagyň ysy emele gelýänçä (pH = 9-a çenli ) guýmaly. Ak kristal şekilli çökündi emele gelýär.

**2. *Mikrokristalloskop täsirleşme.*** Bu täsirleşme $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ birleşmäniň häsiýetli kristallarynyň emele gelmegine esaslanandyr. Eger haýal kristallaşmaklyk geçse (magniý duzunyň gowşak ergininden), onda 4-nji suratdaky ýaly görnüşli kristallar emele geler:



**4-nji surat. $MgNH_4PO_4$ .$6H_2O$ kristallary**

**5-nji surat**

Eger-de tiz kristallaşmaklyk 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 gelýär. Magnininiň 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 ýyldyz şekilli kristallar emele geler. Aýna taýajygynyň kömegi bilen damjalar birleşdirilýär. Emele gelen kristallar mikroskop astynda seredilýär.

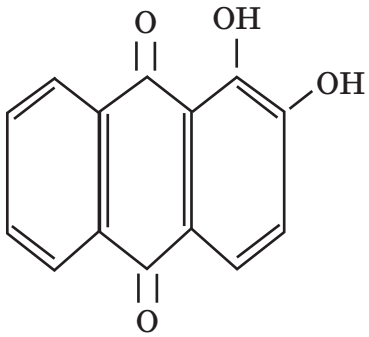
Emele gelen çökündi $MgNH_4PO_4$ kislotalarda ereýär. Reaksiýa gowşak elektrolitleriň emele gelýän tarapyna, ýagny, gidrofosfat $H_2PO_4^-$ we digidrofosfat $HPO_4^{2-}$ ionlara tarap ugrugýar:

$$MgNH_4PO_4 + H^+ \rightarrow Mg^{2+} + NH_4^+ + HPO_4^{2-} \quad (1)$$

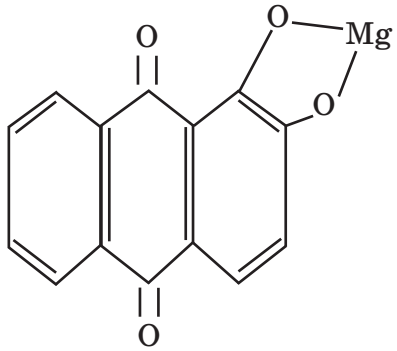
$$HPO_4^{2-} + H^+ \rightarrow H_2PO_4^- \quad (2)$$

$$H_2PO_4^- + H+ \rightarrow H_3PO_4 \quad (3)$$

3. ***Hinalizarin*** (I, 2 – tetraoksiantrahinon) I aşgar gurşawynda 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 $Mg(OH)_2$ tarapyndan özüne sorulan reňkleýjileriň reňkleri, onuň ergindäki reňkinden tapawutlanýar. Emele gelen hinalizarin (dyrnaga çalynýan lak,) magniý gidroksidiniň sorup alan birleşmesi diýlip çak edilýär. Baglanyşyklaryň tebigaty

birleşmede doly takyklanan 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.

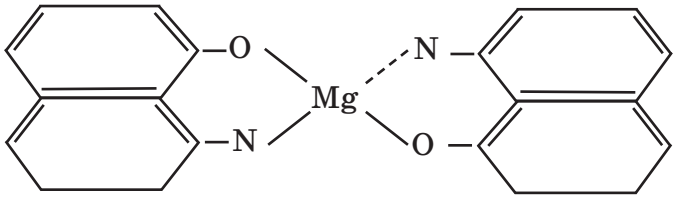
Ammoniý iony magniý ionynyň açylmagyna päsgel beryär, sebäbi magniniň gidroksidi ammoniý ionynyň barlygynda emele gelmeýär. Aşgar gurşawynda reagentiň reňkini syýa reňk bilen reňklendirýär, şoňa görä-de, ýalňyşmazlyk üçin boş tejribe (reňklerini deňeşdirmek üçin) hem geçirmeli bolýar.

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.*** 1-2 damja magniý ionyny saklaýan ergininiň 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.

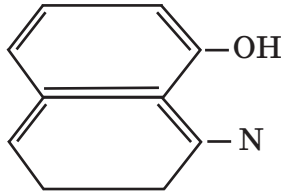
**4. *Ortooksihinolin*** – $C_9H_6NOH$ ammiak gurşawynda (pH 0,5-den 12,7-ä çenli) magniý $Mg^{2+}$ ionlary bilen ýaşylymtyk-sary kristal şekilli çökündini emele getirýär. Ol magniý oksihinoliýatynyň (magniý oksinatynyň) içki kompleks duzudyr.

$$Mg^{2+} + 2C_9H_6NOH + 2NH_4OH = Mg(C_9H_6NO)_2 \cdot 2H_2O + 2NH_4^+$$

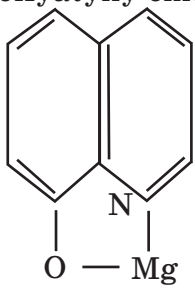
duzuň struktura formulasyny şeýle ýazmak bolar:




Orta – oksihinoliniň struktura formulasy bolsa şeýle ýazylýar:




**5.** ***Lýuminessent*** täsirleşmesinde magniý iony pH=9-12 gurşawda 8 oksihinolin bilen ýaşyl reňk berýän flýuoressirlenýän magniý oksihinoliýatyny emele getirýär:




Şu täsirleşmede magnininiň açylmak derejesi –0,025 *mkg*. Eger-de ol nokatdaky magniý oksihinoliýatyny $NH_3$ ergini bilen işleseň ýagtylanmaklyk has-da köpelýär. $Al^{3+}$, $Zn^{2+}$ ionlary magnininiň açylmagyna päsgel berýärler. Ammiak gurşawynda (pH= 9,4) magniý oksihinoliýaty metilizobutilketon bilen ekstragirlenýär. Eger ultramelewşe şöhle bilen ýagtylandyrsaň, ekstrakt flýuoressirlenýär we gök reňk berýär. $Zn^{2+}$ ionynyň päsgel bermegi sink oksihinoliýatynyň hem şol ýagdaýda ekstragirlenýändigi bilen düşündirilýär.

**Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.** Süzgüç kagyzynyň 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 konsentrirlenen ak amorf şekilli çökündilerini – gidroksidlerini emele getirýärler. Şol wagtyň özünde gidroksidler bilen bir hatarda bariý, kalsiý we stronsiý karbonatlary hem çökýärler:

$$Ba^{2+} + 2OH^- = Ba(OH)_2\downarrow$$

$$Ba(OH)_2 + CO_2 = BaCO_3\downarrow + H_2O.$$

**1.** ***Kaliý dihromaty*** $K_2Cr_2O_7$ asetat bufer ergininde bariý iony bilen sary kristal çökündi emele getirýär:

$$2BaCl_2 + K_2Cr_2O_7 + H_2O + 2CH_3COONa =$$

$$= 2BaCrO_4\downarrow + 2KCl + 2CH_3COOH + 2NaCl$$

ýa-da

$$Cr_2O_7^{2-} + 2Ba^{2+} + H_2O \rightleftarrows \downarrow 2BaCrO_4 + 2H^+.$$

Täsirleşmäniň netijesinde $BaCr_2O_7$ çökündisi emele gelmän $BaCrO_4$ çökündisi emele gelýär. Bu ýagdaýy şeýle düşündirmek bolar. $Cr_2O_7^{2-}$ ionyny saklaýan erginde kislota-aşgar deňagramlygy ýüze çykýar:

$$Cr_2O_7^{2-} + H_2O \rightarrow 2CrO_4^{2-} + 2H^+$$

$$Ka = \frac{[CrO_4^{2-}]^2 \cdot [H^+]^2}{[CrO_4^{2-}]} = 7{,}9 \cdot 10^{-13}$$

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

emma, uksus kislotasynda eremeýär. EKH → ereýjiligiň köpeltmek hasyly.

$2BaCrO_4 + 4HCl = 2BaCl_2 + H_2Cr_2O_7 + H_2O$.

Bariniň açylmak derejesi –0,15 *mkg*. Bariniň açylmagyna Hg (I, II), $Ag^+$, $Pb^{2+}$, $Bi^{3+}$ we $Fe^{3+}$ ionlary päsgel beryärler, sebäbi bular hem reňkli hromatlary emele getirýärler. pH<7 gurşawda $Ca^{2+}$ we $Sr^{2+}$ ionlary $K_2Cr_2O_7$ bilen çökündi emele getirmeýärler we bariniň açylmagyna päsgel bermeýärler. 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 ergininiň 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:

$Ba^{2+} + SO_4^{2-} = \downarrow BaSO_4$.

Çökündi gowşadylan 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:

$BaSO_4 + Na_2CO_3 = \downarrow BaCO_3 + Na_2SO_4$

$BaSO_4 + CO_3^{2-} = \downarrow BaCO_3 + SO_4^{2-}$

$BaSO_4$-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

$$\frac{[CO_3^{2-}]}{[SO_4^{2-}]} > \frac{EKH_{BaCO_3}}{EKH_{BaSO_4}} > \frac{5,1 \cdot 10^{-9}}{1,1 \cdot 10^{-10}} > 50.$$

Diýmek, $BaSO_4$-üň $BaCO_3$-e geçmegi üçin $[CO_3^{2-}]$ goýulygy $[SO_4^{2-}]$ konsentrasyýasyndan 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:

$BaCO_3 + 2CH_3COOH = Ba(CH_3COO)_2 + H_2O + CO_2\uparrow$.

Bariniň açylmak derejesi -0,03 *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 ($PbO_2 \cdot 2H_2O$) 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. *Ýalny reňklemegi.*** Bariniň uçujy duzlary ($BaCl_2$, $Ba(NO_3)_2$) gaz gorelkasynyň ýalnyny sarymtyl-ýaşyl reňke öwürýär. Spektroskopda dogry seredilende ýaşyl topar zolaklar 510-560 *nm* aralygynda görünýär.

## Stronsiniň ionynyň täsirleşmeleri

**1. *Gips suwy*** ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$-ni suwdaky doýgun ergini) stronsiniň iony bilen ak kristal çökündini emele getirýär:

$SrCl_2 + CaSO_4 = \downarrow SrSO_4 + CaCl_2$

$SO_4^{2-}$ ionynyň konsentrasyýasy kalsiý sulfatynyň doýgun ergininde köp däl (~ 4,4 . $10^{-2}$ *m*), şoňa görä-de, çökdi şol bada emele gelmeýär we emele gelen çökündi köp

bolmaýar. Ergin azajyk bulançak halda bolýar. Gyzdyrmaklyk stronsiý sulfatynyň emele gelmegini tizleşdirýär. Täsirleşmäniň geçmegine bariý we gurşun ionlary päsgel berýärler, sebäbi olar gyzdyrylmanka 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). pH= 4,5 gurşawda 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 gyzdyrýarlar. Bulanmaklyk emele gelýär.

**2. *Ýalnyň reňklenmegi*.** Stronsiniň uçujy duzlary ($SrCl_3$, $Sr(NO_3)_2$) gaz gorelkasynyň reňksiz ýalnyny karmin gyzyl reňke öwürýär. Spektroskopda dogry seredilende 605 nm çäklerinde mämişi çyzyk emele gelýär, 655-688 *nm* çäklerinde bolsa, çyzyklar toplumyny berýär.

## Kalsiý ionynyň täsirleşmeleri

**1. *Ammoniý oksalaty*** $(NH_4)_2C_2O_4$ we şawel kislotasynyň beýleki ereýji duzlary kalsiý iony bilen ak kristal çökündini $CaC_2O_4 \cdot H_2O$ emele getirýär:

$$CaCl_2 + (NH_4)_2C_2O_4 \rightarrow CaC_2O_4\downarrow + 2NH_4Cl.$$

*Ion deňlemesi:* $Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} = \downarrow CaC_2O_4$.

Çökündi güýçli kislotalarda ereýär, emma, uksus kislotasynda eremeýär:

$$CaC_2O_4 + 2HCl = CaCl_2 + H_2C_2O_4.$$

Kalsiniň açylmaklyk derejesi – 20 *mkg*. $(NH_4)_2C_2O_4$ bilen meňzeş çökündini berýän $Ba^{2+}$ we $Sr^{2+}$ ionlary $Ca^{2+}$ ionynyň açylmagyna päsgel berýär. $BaC_2O_4$ we $SrC_2O_4$ çökündileriniň

Ca $C_2O_4$-den tapawudy bularyň uksus kislotasynda eremegidir:

$$2Ba\,C_2O_4 + 2CH_3COOH = Ba(HC_2O_4)_2 + Ba(CH_3COO)_2$$

***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*** $K_4[Fe(CN)_6]$ pH > 7 gurşawynda $NH_4Cl$-iň gatnaşmagynda kalsiý iony bilen ak kristal çökündini $Kn(NH_4)mCa - [Fe(CN)_6]$ emele getirýär. Täsirleşmäniň geçiş ýagdaýyna görä n-iň we m-iň bahalary noldan tä 2-ä çenli üýtgemegi mümkin:

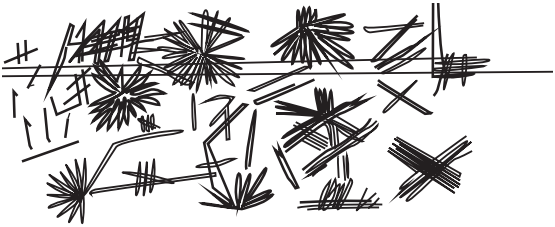
$$CaCl_2 + K_4[Fe(CN)_6] + NH_4Cl = \downarrow KNH_4Ca[Fe(CN)_6] + 3KCl \text{ ýa-da}$$

$$Ca^{2+} + K^{+} + [Fe(CN)_6]^{4-} + NH_4^{+} = \downarrow KNH_4Ca\,[Fe(CN)_6].$$

Kalsiniň açylmak derejesi – 50 *mkg*. Çökündi uksus kislotasynda eremeýär. Bu ýagdaý bolsa $SrCO_3$-den tapawutlandyrmaga kömek edýär, sebäbi aşgar gurşawynda iony bolan erginleriň hem şunuň ýaly çökündini bermegi mümkin. Ba we Mg ionlary kalsiniň açylmagyna päsgel berýärler.

*Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.* Sagat aýnajygynyň üstünde $Ca^{2+}$ ionyny saklaýan erginiň damjasy bilen 2-3 damja reagentiň erginini garyşdyrýarlar. Ondan soň onuň üstüne 1-2 damja $NH_4Cl$ 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.** ***Mikrokristalloskopik*** täsirleşme iňňe şekilli kalsiý sulfatynyň kristallarynyň emele gelmegine esaslanandyr. $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ (*6-njy surat*).



**3.** ***Alizarin*** alýuminiý iony bilen aşgar gurşawynda açyk gyzyl 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:

$$(Al_2O_3 \cdot xH_2O)_n + HR = (Al_2O_3 \cdot xH_2O)_{n-1} \cdot Al(OH)_2R + H_2O$$

$$(Al_2O_3 \cdot xH_2O)_n + R^- = (Al_2O_3 \cdot xH_2O)_{n-1} \cdot Al(OH)_2R + OH^-.$$

*gel* *lak*

Bu birleşme aýratyn faza hökmünde $AlR_3$-üň emele gelmegine getirýär. Ammoniý 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 *mkg-e* deňdir.

*Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.* I.Süzgüç kagyzynyň üstüne bir damja $K_4[Fe(CN)_6]$ erginini ýerleşdirýärler. Damjanyň merkezine alýuminiý ionyny saklaýan erginden damdyrýarlar. Soňra damja reagentiň erginini damdyryp, tegmili gaz halyndaky ammiak bilen işleýärler. Munuň üçin süzgüç kagyzyny 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 gyzyl reňkli alýuminiý lagynyň emele gelşine gözegçilik etmek bolýar.

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

ýarlar. Onuň üstüne bolsa tä gowşak kislota gurşawyna 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:

$$AlCl_3 + 3CH_3COONa = Al(CH_3COO)_3 + 3NaCl$$

$$Al(CH_3COO)_3 + 2H_2O = \downarrow Al(OH)_2CH_3COO + 2CH_3COOH.$$

Alýuminiý asetatynyň $Al(CH_3COO)_3$ erginini haýaljakdan gaýnatsak, onda onuň gidrolizi has-da çaltlaşýar.

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.*** Probirkada 3-4 damja alýuminiý ionyny saklaýan ergininiň üstüne 4-5 damja natriý asetatyny guýmaly we gyzdyrmaly. Ak topbak şekilli çökündiniň emele gelşine syn etmeli. Demriň (III) iony natriý asetaty bilen goňur çökündini $Fe(OH)_2CH_3COO$ 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 $Co(NO_3)_2$ $Al^{3+}$ kationy bilen kobalt alýuminatyny $Co(AlO_2)_2$ emele getirýär. Birleşme gök reňkde bolup, tenar gök ady bilen tanalýar:

$$2Al_2(SO_4)_3 + 2Co(NO_3)_2 \rightarrow 2Co(AlO_2)_2 + 6SO_3 + 4NO_2\uparrow + O_2\uparrow.$$

*Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.* Farfor jamjagazynda süzgüç kagyzynyň bölegini analiz edilýän erginde we azot kislotasynyň gowşadylan ergininde öllemeli. Soňra gorelkanyň 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 beryärler.

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

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

$$Al^{3+} + 3C_9H_6N(OH) \rightarrow (C_9H_6NO)_3Al \downarrow + 3H^+.$$

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

$$AlCl_3 + Na_2HPO_4 = AlPO_4 + 2NaCl + HCl.$$

Emele gelen duz kislotasy reaktiwiň artykmajy bilen täsirleşýär:

$$HCl + Na_2HPO_4 = NaCl + NaH_2PO_4.$$

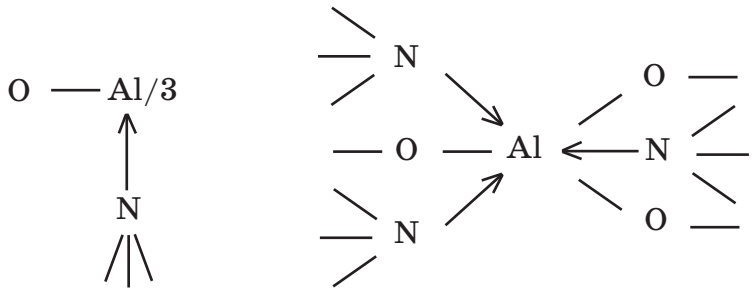
Netijede, erginde bufer ergini emele gelýär. pH=7-de $AlPO_4$ doly çökýär.

Reaksiýany asetat bufer gurşawynda geçirýärler.

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

$$Al^{3+} + 3CH_3COO^- + H_2O = Al(OH)(CH_3COO)_2 + CH_3COOH.$$

**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.

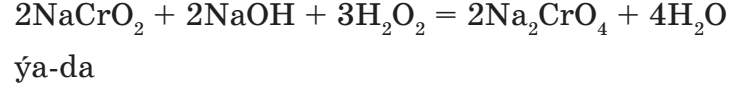
Alýuminiý oksihinoliýaty suwda az ereýär we organiki eredijilerde (hloroformda, dörthlorly uglerodda, spirtlerde, ketonlarda) oňat ekstragirleşýär. Ekstraktlar ýaşyl şöhle bilen degişli flýuoressensiýany beryär. Alýuminiý oksihinoliýatynyň şöhlelenmegi ekstragirlenmese hem görünýär. Ýöne bu ýagdaýda flýuoressent täsirleşmesini damja usuly boýunça süzgüç kagyzynyň üstünde geçirmeli. Alýumininiň açylmak derejesi –0,008 *mkg*. Eger-de alýuminiý oksihinolinatyny hloroform bilen ekstragirlesek, onda onuň açylmak derejesi – 0,004 *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 öçürýärler. Eger-de alýuminiý oksihinoliýatynyň ekstraktsiýasyny 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 (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 ýaşyl ýagtylanmaklyk peýda bolar.

2. Probirka 2-5 damja alýumininiň duzuny guýýarlar, onuň üstüne asetat bufer erginini 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 ekstragirleýärler. Ultramelewşe şöhlesinde organiki fazanyň ýaşyl ýagtylanmasyna gözegçilik edýärler.

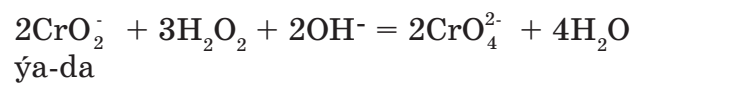
## Hrom (Cr(III)) ionynyň täsirleşmeleri

**1.** ***Wodorodyň peroksidi*** $H_2O_2$ aşgar gurşawda Cr (III)-ni tä Cr (VI)-a çenli okislendirýär:



$$2NaCrO_2 + 2NaOH + 3H_2O_2 = 2Na_2CrO_4 + 4H_2O$$

ýa-da



$$2CrO_2^- + 3H_2O_2 + 2OH^- = 2CrO_4^{2-} + 4H_2O$$

ýa-da

$$2Cr(OH)_4^- + 3H_2O_2 + 2OH^- = 2CrO_4^{2-} + 8H_2O.$$

*Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi.* 2-3 damja hrom (III) ionyny saklaýan erginiň üstüne damja bilen 2M NaOH erginini guýýarys. Ilki bilen hromuň gidroksidiniň çökündisi emele gelýär. Guýmagymyzy tä emele gelen çökündi ereýänçä dowam etdirýäris, ýagny $CrO_2^-$ ýa-da gidroksokompleks emele gelýänçä 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 gelýär. Alnan erginiň bir bölegine sowadylandan soň 1 damja 3%-li wodorodyň peroksidiniň erginini, birnäçe damja efir ýa-da spirt we çaýkap 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 gelýär. Şeýlelikde, aşgar gurşawynda $CrO_4^{2-}$, kislota gurşawynda bolsa $Cr_2O_7^{2-}$ iony emele gelýär. Yzygiderli analiziň gidişi Cr(III) wodorodyň peroksidi bilen okislenmesini aşgar gurşawynda geçirmeklige esaslanandyr. Hrom (IV)-ni Cr (VI)-a çenli okislendirmek üçin wodorodyň peroksidinden başga-da $Na_2O_2$, $Cl_2$, $Br_2$, $KMnO_4$, $(NH_4)_2S_2O_8$ ýaly okislendirijileri ulanmak bolar. $Cr^{3+}$ kationynyň dihroma-

ta $Cr_2O_7^{2-}$ çenli okislenmegi üçin kislota gurşawynda, köplenç, güýçli $(NH_4)_2S_2O_8$, $KMnO_4$ okislendirijiler ulanylýar. Täsirleşmeleriň deňlemesini şeýle ýazmak bolar:

a) $Cr_2(SO_4)_3 + 3(NH_4)_2S_2O_8 + 7H_2O = (NH_4)_2Cr_2O_7 +$

$+ 2(NH_4)_2SO_4 + 7H_2SO_4$

$2Cr^{3+} + 3S_2O_8^{2-} \cdot 7H_2O = Cr_2O_7^{2-} + 6SO_4^{2-} + 14H^+$

ýa-da

b) $10Cr^{3+} + 6MnO_4^- + 11H_2O = 6Mn^{2+} + 5Cr_2O_7^{2-} + 22H^+$.

Reaksiýany geçirmegiň şertleri:

1. Reaksiýa ýeterlik turşy gurşawda (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 $(NH_4)_2S_2O_8$ 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 $Cr_2(SO_4)_3$ ergininden ýa-da hrom nitratynyň ergininden goşmaly. Probirkany suwly gapda gyzdyryň, ergin gyzdyrylandan soň mämişi reňk alýar we $Cr_2O^{2-}{}_7$ anionynyň emele gelendigini görkezýär. Eger bu ergini sowadyp, oňa 2-3 damja wodorod peroksidinden $(H_2O_2)$ we efiriň izoamil spirti bilen garyşygyndan çalt çaýkap guýulsa, onda ýokarky gatlak – efiriň izoamil spirti bilen garyşygy gök reňke boýalýar. Bu bolsa hrom peroksidiniň $(CrO_5)$ ýa-da hromüsti kislotasynyň $(H_2CrO_6)$ emele gelendigini görkezýär:

$K_2Cr_2O_7 + 4H_2O_2 + H_2SO_4 = 2CrO_5 + K_2SO_4 + 5H_2O$

ýa-da

$Cr_2O_7^{2-} + 4H_2O_2 + 2H^+ = 2H_2CrO_6 + 3H_2O$.

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

$Cr_2O_7^{2-}$ anionlaryny kationlaryň analitiki toparlarynyň üýşmeginde açmak mümkin.

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

b) hromuň okislenmek reaksiýasy katalizatoryň gatnaşmagynda (– $Ag^+$ ionlary) geçýär.

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

$$Cr(OH)_3 + 6NH_4OH = [Cr(NH_3)_6]^{3+} + 3OH^- + 6H_2O.$$

Hromatlaryň erginleri gaýnadylanda duzlaryň gidrolizi esasynda täzeden gidroksid görnüşinde çökýär.

**2.** ***Ammiak*** hem hromuň gidroksidini çökdürýär. Ol artykmaç guýlanda melewşe (fiolet) reňkli kompleks birleşmesini emele getirýär $[Cr(NH_3)_6]^{3+}$.

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

$$[Cr(NH_3)_6]^{3+} + 6H_2O = Cr(OH)_3 + 3NH_4OH + 3NH_4^+ .$$

*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 ýaşyl çökündini, hrom fosfatyny $CrPO_4$ emele getirýär. Ol çökündi aşgarlarda, kislotalarda ereýär. Hrom (III) fosfaty sowukda uksus kislotasynda-da az-owlak ereýär. Hrom fosfatynyň uksus turşy 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:

$[Cr(OH)_2(CH_3COO)_6]CH_3COO$.

## Sink ionynyň täsirleşmeleri

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

**1.** ***Ammoniý tetrarodanomerkuraty*** $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$ gowşak kislota gurşawynda sinkiň iony bilen ak kristal çökündini $Zn[Hg(SCN)_4]$ emele getirýär. Eger erginde $Zn^{2+}$ iony bilen bir wagtda $Cu^{2+}$ mis iony hem bar bolup, ergine $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$ goşulan wagtynda melewşe (fiolet) reňkli çökündi çökýär:

$$Zn^{2+} + Cu^{2+} + 2[Hg(SCN)_4]^{2-} = Zn[Hg(SCN)_4] \cdot Cu[Hg(SCN)_4].$$

***Reaksiýanyň ýerine ýetirilişi.*** $Zn^{2+}$ duzunyň bir damja erginine bir damja 0,1%-li $CuSO_4$-ergininden we bir damja $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$ ergininden goşmaly. Probirkanyň diwarjygy aýna taýajygy bilen sürtülenden soňra melewşe (fiolet) reňkli çökündi çökýär:

$$ZnCl_2 + (NH_4)_2\,[Hg(SCN)_4] = \downarrow ZnHg(SCN)_4 + 2NH_4Cl$$

ýa-da

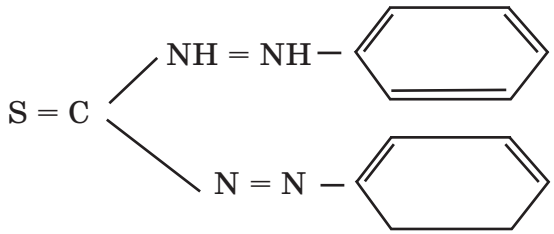
$$Zn^{2+} + Hg(SCN)_4^{2-} = \downarrow ZnHg(SCN)_4.$$

Çökündi güýçli kislotalarda ereýär. Aşgarlar bilen bolsa dargap, sary reňkli HgO birleşmesini emele getirýär. Sinkiň açylmak derejesi – 30 *mkg*. Täsirleşmäniň açylmagyna erginde misiň, kobaltyň, nikeliň we demriň köp mukdarda bolmagy päsgel berýär. Mundan başga-da demriň (III) gyzyl reňkli kompleks birleşmesiniň Fe(SCN) *n* (3-*n*)$^{+}$ emele gelmegi mümkin. Demriň (III) ionynyň päsgel bermegini ftoridleri, oksalatlary, fosfatlary goşmak bilen aýyrmak bolýar. Sinkiň açylmagyna $Cd^{2+}$, Sn (II) ionlary päsgel berýärler. Galaýyny (II), Hg (II)-den tä Hg (I) walentliligine 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 (pH = 7 bolanynda) çenli we 0,5 M HCl ergininde 10 *mkg*-a çenli aşaklaýar.

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi. 2-3 damja sink ionyny saklaýan ergininiň üstüne bir damja 0,02%-li kobaltyň duzunyň erginini we 2-3 damja reagent guýýarlar. Aýna taýajygy bilen probirkanyň diwaryny sürtýärler. Sinkiň barlygynda asman reňkli çökündi emele gelýär. Şu täsirleşme bilen birlikde, deňeşdirmek üçin boş tejribäni hem geçirmeli. Kobalt duzunyň gowşak erginini taýýarlamak üçin probirka 1-2 damja 0,1M kobaltyň erginini guýýarlar we ony distillirlenen suw (3-5 $sm^3$) bilen gowşadýarlar.

**2. *Ditizon – difeniltiokarbazon:***

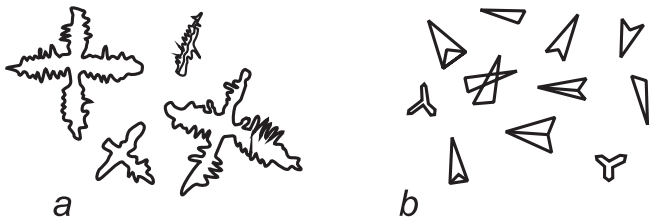



Ditizon sink iony bilen organiki eredijilerde ($CCl_4$, $CHCl_3$) oňat ereýän kompleks birleşmäni emele getirýär.

Bu birleşme şuňa meňzeş bolan başga kationlaryň ditizonatlaryndan tapawutlanyp, aşgar gurşawynda diňe organiki gatlagy däl, eýsem, suwuň gatlagyny hem gyzyl 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 gelýänçä kagyzyň üstünden aýyrmaly däl. Dört hlorly uglerodda eredilen, ditizon saklaýan kapillýar turbasynyň kömegi bilen tegmiliň daşyny çyzyp tegeleýärler. Şonda şol iona häsiýetli gyzyl reňkli halka emele gelýär. Ony bolsa boş geçirilen tejribe bilen deňeşdirmeli. Onuň üçin süzgüç kagyzynyň üstündäki tegmiliň gapdalyna bir damja 2M NaOH erginini damdyrýarlar we onuň daşyny, ýagny gyrasyny ditizonyň dört hlorly ugleroddaky ergini bilen aýlaýarlar. Şonda mämişi tegmil emele gelýär.

**3. Mikrokristalloskopik täsirleşme** Tetrarodano-(2) merkurat ammoniý – $(NH_4)_2$ $[Hg(SCN)_4]$ gowşak kislota gurşawynda sinkiň iony bilen häsiýetli kristallary, dendrity (*7-nji surat*) emele getirýär. Tetrarodano – (2) merkurat sinki emele getirýär.




**7-nji surat. $Zn[Hg(SCN)_4]$ kristallary**

a) adaty şertlerde alnan: b) mineral kislotalaryň gatnaşmagynda emele gelen (ýa-da örän gowşadylan erginde). Mineral kislotnyň gatnaşmagynda ýa-da örän gowşak erginde hemme tarapy deň bolmadyk üçburç şekilli we pagta görnüşindäki 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.** Kükürtwodorod $H_2S$ sinkiň ionyny ak çökündi ZnS görnüşinde çökdürýär:

$$ZnCl_2 + H_2S = \downarrow ZnS + 2HCl$$

ýa-da

$$Zn^{2+} + H_2S = \downarrow ZnS + 2H^+.$$

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 ýönekeý kükürde çenli okislendirip, ZnS-ne meňzeş bolan çökündini emele getirýärler:

$$2H_2S + Fe^{3+} = \downarrow S + Fe^{2+} + 4H^+.$$

Mundan başga-da erginde $MnO_4^-$, $Cr_2O_7^{2-}$, $H_2O_2$ 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 şkafyň 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

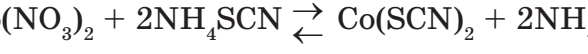
Ammoniý ýa-da kaliý tiosianaty (rodanid) $NH_4SCN$, KSCN, kobalt ($Co^{2+}$) kationy bilen uksus turşy gurşawynda (pH=4-5) gök reňke reňklenen dürli düzümli $[Co(SCN)_4]^{2-}$ kompleks birleşmesini emele getirýär:

$$Co(NO_3)_2 + 2NH_4SCN \rightleftarrows Co(SCN)_2 + 2NH_4NO_3$$

$$Co(SCN)_2 + 2NH_4SCN \rightleftarrows (NH4)_2[Co(SCN)_4].$$

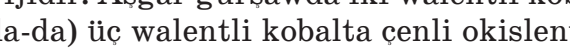
Kobalt öz birleşmelerinde iki, üç we dört walentli bolýarlar. Iň durnukly ion $Co^{2+}$. $Co^{2+}$ iony gowy kompleks emele getirijidir. Aşgar gurşawda iki walentli kobalt $Co^{2+}$ aňsat (howada-da) üç walentli kobalta çenli okislenýär:

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



$$Co^{2+} + Cl^- + OH^- = Co(OH)Cl \downarrow.$$

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



$$Co(OH)Cl + OH^- = Co(OH)_2 + Cl^-.$$

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

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

$$CoCl_2 + 4NH_4SCN = (NH_4)_2[Co(SCN)_4] + 2NH_4Cl$$

$$Co^{2+} + 4SCN^- = [Co(SCN)_4]^{2-}$$

Kislorod saklaýan eredijiler (efir, aseton, izoamil spirti) bilen kobaltyň az durnukly goýy gök reňkdäki kompleks birleşmesi Co $(SCN)_4^{2-}$ ekstragirlenip, täsirleşmäniň duýgurlygyny artdyrýar. Kompleks birleşmäniň dissosiasiýasyny peseltmek üçin tiosianatyň artykmaç mukdaryny guýmaly. Kobaltyň açylmak derejesi 3 mkg.

Kobaltyň açylmagyna $Fe^{3+}$, $Ni^{2+}$ kationlary päsgel berýär, sebäbi $[Fe(SCN)_5]^{2-}$ bilen gyzyl-gan reňkli dürli düzümli kompleks birleşme emele getirýär. $[Fe(SCN)_5]^{2-}$ kompleks birleşme hem kobaltyň 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 $F^-$(NaF), çakyr kislotasyny ($H_2C_4H_4O_6$) ýa-da ortofosfor kislotasyny ($H_3PO_4$) guýmaly.

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

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

$$Co(CH_3COO)_2 + 7KNO_2 + 2CH_3COOH = \downarrow K_3[Co(NO_2)_6] +$$
$$+ NO \uparrow + H^2O + 4CH_3COOK$$

ýa-da

$$Co^{2+} + 7NO_2^- + 3K^+ + 2CH_3COOH = \downarrow K_3[Co(NO_2)_6] +$$
$$+ NO\uparrow + 2CH_3COO^- + H_2O$$

Gowşak erginde gyzdyrylanda wagtyň geçmegi bilen çökündi emele gelýär. Şu täsirleşmäni köplenç, 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 goşýarlar. Garyndyny birnäçe minutlap içi suwly gapda gyzdyrýarlar. Sary çökündi emele gelýär.

**4.** Mikrokristalloskopik täsirleşme. $Co^{2+}$ kationyň duzunyň erginine ammoniý tetrarodanomerkuriammoniaty (II) $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$ täsir etdirilende az ereýän gök reňkli kristalyň (*8-nji surat*) $CoHg(SCN)_4 \downarrow$ emele gelmegine esaslanandyr.

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

$$2(NH_4)^2[Hg(SCN)_4] + ZnSO_4 + CoSO_4 \rightarrow Zn[Hg(SCN)_4].$$
$$.Co[Hg(SCN)_4] \downarrow + 2(NH_4)_2SO_{4.}$$

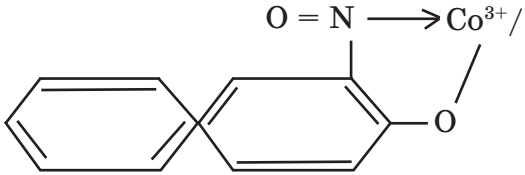
**8-nji surat.** $CoHg(SCN)_4$ kristallary

Sink ionynyň diňe bar bolan ýagdaýynda täsirleşmäniň geçişi çaltlaşsa-da $Zn[Hg(SCN)_4] \cdot Co[Hg(SCN)_4]$ 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 çöküdilerinin diňe bar bolan ýagdaýynda hem tapawut-

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

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi:*** predmet aýnasynyň üstüne kobaltyň 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 okislendirmek bilen purpur-gyzyl ýa-da gyzyl-goňur reňkli içki kompleks $Co[C10H_6(NO)O]_3$ duzuny emele getirýär:




***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi***: 2-3 damja kobaltyň (II) duzunyň ergininiň üstüne 1-2 damja uksus kislotasyny goşmaly, 5 damja täze taýýarlanylan ergine α-nitrozos β-naftol ($C_{10}H_7O_2N$) 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:

$$Ni^{2+} + 2OH^- = \downarrow Ni(OH)_2.$$

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

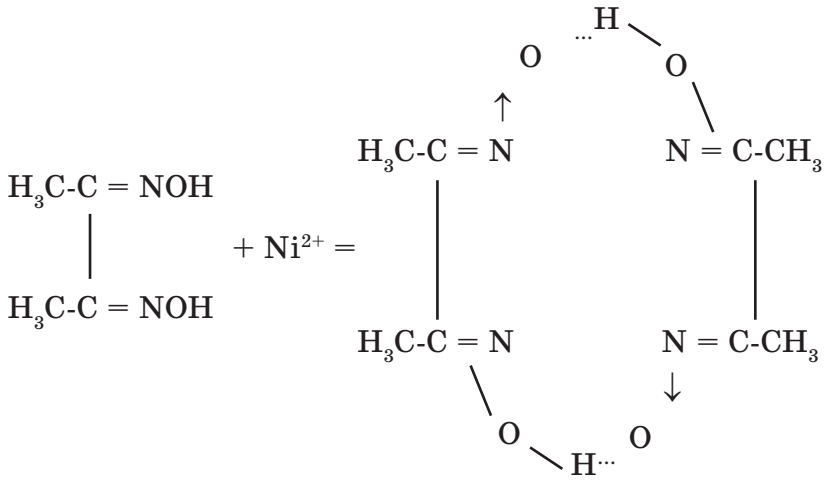
$$NiSO_4 + 6NH_4OH = [Ni(NH_3)_6]SO_4 + 6H_2O.$$

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

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

3-4 damja nikel sulfatynyň ($NiSO_4$) ergininiň üstüne 2-3 damja ammiagyň erginini guýmaly we esas duzuň $(NiOH)_2SO_4$-üň emele gelendigine göz ýetirmeli. Soňyndan onuň üstüne ýene-de çökündi ereýänçä ammiak erginini guýmaly we degişli ýaşyl reňkli kompleks duzunyň emele gelendigine göz ýetirmeli. Esas duzuň $(NiOH)_2SO_4$ ammoniý duzlarynyň barlygynda emele gelmeýändigini hem tejribe üsti bilen anyklamaly.

**2.** Dimetilglioksim ($CH_3CNOH/2$) L.A. Çugaýewiň reaktiwi-$C_4H_8N_2O_2$ $Ni^{2+}$ iony bilen bitarap ýa-da gowşak aşgar gurşawda-da suwda eremeýän gyzyl reňkli içki kompleks birleşme $[Ni(C_4H_7N_2O_2)]$ emele getirýär. Täsirleşmäniň deňlemesini şeýle ýazmak bolar:




Şeýlelikde, dimetilglioksimiň molekulasyndan kislota toparynyň = NOH diňe iki wodorod atomy $Ni^{2+}$ ionyna çalyşman, eýsem, şu toparlaryň beýleki ikisi $Ni^{2+}$ iony bilen koordinasion baglanyşyk bilen hem baglanyşýar. Diýmek, nikeliň içki kompleks duzunyň molekulasy halka şekilli görnüşde bolup, organiki eredijilerde ereýär. Nikeliň dimetilglioksimatynyň organiki eredijilerde eremeginiň sebäbini iki ýol bilen düşündirmek bolar: birinjiden kompleksiň molekulasynyň organiki böleginiň solwatlaşmagy bilen, ikinjiden bolsa, wodorod baglanyşygynyň solwatlaşmagy bilen. Organiki eredijilerde kompleksiň ereýjiligi eredijiniň molekulalarynyň özara birleşme täsiri pes bolanda, meselem, hloroform, 1,2-dihlorbenzol, tetrahloretan we ş.m. bilen birlikde onuň solwatlaşmagy hem ep-esli artýar. Nikeliň dimetilglioksimatynyň ereýjiligi hloroformda iň ýokary derejä ýetýär. Munuň esasy sebäbi hloroformyň molekulalarynyň kompleksdäki azot we kislorod atomlary bilen wodorod baglanyşygynyň emele getirmeginiň netijesi bolmagy mümkindir. Nikeliň açylmak derejesi – 1mkg. Egerde ammiak gurşawly erginde gidroksidleri emele getirýän metallaryň ionlary bar bolsa, onda şol gidroksidleriň çökün-

disi emele gelmez ýaly ergine tartratlaryň ýa-da sitratlaryň erginlerini goşmaly. Köp mukdardaky kobaltyň päsgelçiligini aýyrmak üçin, ony sianid kompleksine öwürýärler. Demri bolsa çakyr ýa-da limon kislotalarynyň kömegi bilen kompleks birleşmä öwürýärler. Tiosulfat bolsa misiň päsgelçiligini 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, turşy gidroksilaminiň erginini we ammiak erginini guýup ergini gurşawyny pH = 9-a ýetirýärler. Hloroform reagentiniň doýgun ergini bilen ekstragirleýärler. Erginiň organiki gatlagy nikeliň bar bolan ýagdaýynda sary reňke öwrülýär.

**3.** Perliniň täsirleşme boýunça alnyşy. $Ni^{2+}$ duzy gaz gorelkasynyň ýalnynyň okislendiriji bölüminde natriý tetraboraty (ýa-da $NH_4NaHPO_4 \cdot 4H_2O$) bilen goňur reňkli perli (reňkli aýna ) emele getirýär.

## Marganes ionynyň täsirleşmeleri

1. Natriý wismutaty, gurşun (IV) oksidi, ammoniý persulfaty azot turşy gurşawda gyzdyrylanda marganesiň (II) ionyny çalt okislendirip, degişli gyzylymtyl-syýa reňkli marganesiň kislotasyna $HMnO_4$-e öwürýärler:

$$2Mn(NO_3)_2 + 5PbO_2 + 6HNO_3 = 2HMnO_4 + 5Pb(NO_3)_2 + 2H_2O$$

ýa-da

$$2Mn^{2+} + 5PbO_2 + 4H^+ = 2Mn + 5Pb^{2+} + 2H_2O\ .$$

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

Ammoniý persulfaty bilen okislendirilende kümüş ionynyň katalizator bolup gatnaşmagynda täsirleşme geçirilýär, ýagny ammoniý persulfaty bilen kümüş (I) iony tä kümşüň (II) ionyna çenli okislenýär:

$$2MnSO_4 + 5(NH_4)_2S_2O_8 + 8H_2O = 2HMnO_4 +$$
$$+ 5(NH_4)_2SO_4 + 7H_2SO_4$$
$$2Ag^+ + S_2 + 2H_2O = Ag_2O_2 + 2SO_4^{2-} + 4H^+.$$

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

$$2Mn^{2+} + 5Ag_2O_2 + 4H^+ = 2MnO_4^- + 10Ag^+ + 2H_2O.$$

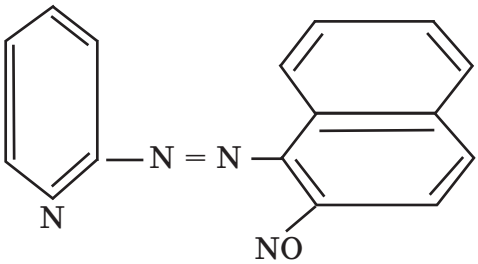
Natriý wismutaty marganes (II) ionyny okislendirende gyzdyrmak gerek bolmaýar. Marganesiň açylmagyna gaýtaryjylar päsgel berýärler, şolaryň içinden hlor, brom, iod ionlaryny görkezmek bolar. Marganesiň açylmak derejesi – 2mkg.

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

**2.** 5-6 damja $(NH_4)_2 S_2O_8$ erginini, bir damja 2M $H_2SO_4$ erginini, 1-2 damja konsentrirlenen $H_3PO_4$ (fosfor kislotasy $MnO_4^-$ionyny dargamakdan gorap saklaýar), 1-2 damja $AgNO_3$ erginini goşýarlar we gyzdyrýarlar. Gyzdyrylan okislendirijileriň garyşygyna aýna taýajygynyň kömegi bilen örän az mukdardaky $Mn^{2+}$ ionyny saklaýan we hlorid-ionyny saklamaýan ergini goşmaly. Soň ergini garyşdyrmaly we erginiň gyzyl-goňur reňke geçişine gözegçilik etmeli.

**3.** Alfa nitrozos beta naftol marganesiň (II) iony bilen pH=7-10 gurşawda suwda eremesi kyn bolan, gyzylymtyl-

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




I

Emele gelen kompleks hloroform, benzol, dörthlorly 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 gurşawa çenli ammiak guýýarlar we hloroformuň kömegi bilen ekstragirleýärler. Marganesiň (II) ionyň barlygynda organiki gatlak gyzyl reňke öwrülýär. Eger-de marganes (II) iony bolmasa, onda organiki gatlak sary reňkli bolýar.

**4.** $Na_2HPO_4$ natriý gidrofosfaty marganesiň (II) iony bilen $Mn_3(PO_4)_2$-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 gaýtarýar. 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

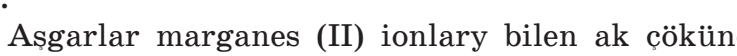
kümşüň duzunyň erginini damdyryň. Şunlukda, kagyzyň üstünde ak AgCl-ny çökündisi emele gelýär. Soň kapilýar turbajyk arkaly çökündini suw bilen ýuwýarlar. Ýuwmaklygy tegmiliň ululygy öňküsinden 2-3 gezek ulalýança dowam edýärler. Soňundan ýuwulan çökündiniň üstüne marganesiň (II) ionyny saklaýan ergin 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:



$$2AgCl + Mn^{2+} + 4OH^- = \downarrow Ag + \downarrow Mn(OH)_2 + 2Cl^- + H_2O$$

**6.** Aşgarlar NaOH, KOH we $NH_4OH$ bilen täsirleşmeleri.

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



$$Mn^{2+} + 2OH^- = \downarrow Mn(OH)_2$$

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

$$2Mn(OH)_2 + O_2 = 2MnO(OH)_2 \downarrow.$$

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

$$Mn(NO_3)_2 + 2NaOH + H_2O_2 = \downarrow MnO(OH)_2 + 2NaNO_3 + H_2O.$$

***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

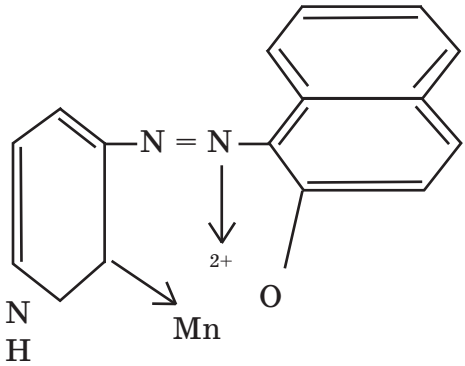
öwrülýändigine üns beriň. Soň çökündä 2-3 damja wodorod peroksidiniň 3%-li erginini goşmaly. Çökündi şol wagt goňur-gara reňke geçýär, sebäbi $Mn^{2+}$ derrew okislenip, $MnO(OH)_2$-ni getirýär. $MnO(OH)_2$ gyzdyrylanda duz kislotasynda ereýär:

$$MnO(OH)_2 + 4HCl = MnCl_2 + Cl_2 \uparrow + 3H_2O,$$

ýa-da wodorodyň peroksidiniň gatnaşmagynda kükürt kislotasynda hem ereýär:

$$MnO(OH)_2 + H_2SO_4 + H_2O_2 = \downarrow MnSO_4 + O_2 \uparrow + 3H_2O$$

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




II

**Demir (II) ionynyň täsirleşmeleri**

I. Ferrisianid ýa-da kaliý geksasianoferraty (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:

$$3Fe^{2+} + 2[Fe(CN)_6]^{3-} = \downarrow Fe_3[Fe(CN)_6]_2$$

Çökündi kislotalarda eremeýär, ýöne aşgarlarda bolsa dargaýar.

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

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

$$FeCl_2 + 2H_2D + 3NH_3 + H_2O = Fe(HD)_2\,(H_2O)(NH_3) + 2NH_4Cl$$

$H_2D$ – 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 öwrüp, $Fe(OH)_3$ 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 reaktiwi demriň (II) ionyny açmak üçin ulanar ýaly erginde $Ni^{2+}$ ionynyň ýoklugyna göz ýetirmeli (ýa-da $Ni^{2+}$ ionyny KCN bilen berk kompleks $[Ni(CN)_4]^{2-}$ 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 gurşawa 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 ş.m.) täsiri bilen $Fe^{3+}$ ionyna çenli okislenýar.

Meselem:

$$6FeSO_4 + 2HNO_3 + 3H_2SO_4 = 3Fe_2(SO_4)_3 + 2NO\uparrow + 4H_2O$$

ýa-da

$$3Fe^{2+} + 4H^+ + NO^{-3} = 3Fe^{3+} + NO\uparrow + 2H_2O$$

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi:*** 4-5 damja demriň (II) duzunyň (demriň sulfatyna) erginine 3-4 damja $2NH_2SO_4$ guýýarlar we erginiň gurşawyny turşy etmek üçin 3 damja konsentrirlenen $HNO_3$ damdyrýarlar we gyzdyrýarlar. Gyzdyrmaklygy emele gelen durnuksyz kompleks birleşmäniň $[Fe(NO)]SO_4$ goňur reňki aýrylýança dowam etdirmeli, sebäbi gyzdyrylanda $[Fe(NO)]SO_4$ dargaýar. Bir damja erginiň kömegi bilen $Fe^{2+}$-yň tä $Fe^{3+}$-a çenli okislenendigini barlap görmeli. Şonda demriň (II) iony demre mahsus bolan $K_3[Fe(CN)_6]$ 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 $K_4[Fe(CN)_6]$ 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:

$$FeS + 4HNO_3 = Fe(NO_3)_3 + \downarrow S + 2H_2O + NO\uparrow$$

ýa-da

$$FeS + 4H^+ + NO^{3-} = Fe^{3+} + \downarrow S + 2H_2O + NO\uparrow.$$

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 aşgar gurşawynda wodorodyň peroksidini ulanmak bolar:

$$2Fe(NO_3)_2 + 4NaOH + H_2O_2 = \downarrow 2Fe(OH)_3 + 4NaNO_3$$

ýa-da

$$2Fe^{2+} + 4OH^- + H_2O_2 = \downarrow 2Fe(OH)_3$$

Täsirleşmäniň ýerine ýetirmek üçin 4-5 damja demriň (II) duzunyň 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 çöküdisiniň emele gelşine syn ediň.

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

$$Fe^{2+} + 2OH^- = \downarrow Fe(OH)_2.$$

Eger-de şu täsirleşme howa gatnaşmaz ýaly edilip geçirilse, onda çöküdi ak reňkde bolýar. Adatdaky ýagdaýda bolsa ýaşylymtyl reňkde bolýar. $Fe(OH)_2$ kislotalarda ereýär, emma aşgarlarda eremeýär. Howadaky kislorod suwuň gatnaşmagynda $Fe(OH)_2$-ni $Fe(OH)_3$-e çenli okislendirýär. Ammiak demriň (II) ionyny doly çökdürmeýär. Ammoniý duzlarynyň gatnaşmagynda bolsa, asla çöküdi emele getirmeýär, sebäbi $NH_4OH$-yň dissosiasiýasy ýatyrylýar we EKH $Fe(OH)_2$ 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 $Fe(OH)_3$ çöküdisini emele getirýärler: $Fe^{3+} + 3OH^- = Fe(OH)_3$

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

EKH$Fe(OH)_3$ = 3,2 · $10^{-38}$ ululygy gaty kiçi, şol sebäpli $Fe(OH)_3$ diammoniý duzlarynda ereýärler.

***Täsirleşmäniň geçirilişşertleri.*** Reaksiýa pH>7-de geçirilýär. Reaksiýany ammoniý duzlarynyň gatnaşmagynda geçirmek mümkindir. Demir (III) hloridiniň ergininden 3-4 damja alyň, distillirlenen suwdan 3-4 damja we 2-3 damja aşgardan goşuň. Çöküdiniň häsiýetine we reňkine üns beriň. Çöküdiniň ýarysyny ergini bilen başga probirka geçiriň. 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) $-K_4[Fe(CN)_6]$ demriň (III) iony bilen goýy-gök çöküdi «berlin lazury» emele getirýär:

$$4Fe^{3+} + 3[Fe(CN)_6]^{4-} = \downarrow Fe_4[Fe(CN)_6]_3.$$

Çöküdi gowşak duz kislotasynda eremeýär. Reaktiwiň gidroliz hadysasyny ýatyrmak üçin täsirleşmäni turşy gurşawda geçirýärler (pH=2):

$$K4[Fe(CN)_6] + 4H_2O \rightleftarrows H_4[Fe(CN)_6] + 4KOH.$$

Mundan başga-da aşgarlar berlin lazurynyň çöküdisini eredýärler:

$$Fe_4[Fe(CN)_6]_3\downarrow + 12NaOH = 4Fe(OH)_3 + 3Na_4[Fe(CN)_6].$$

Eger-de has artykmaç $K_4[Fe(CN)_6]$ guýulsa, onda berlin lazurynyň çöküdisi ergin ýagdaýyna geçýär:

$$Fe_4[Fe(CN)_6]_3 + K_4[Fe\ (CN)_6] = 4KFe\ [Fe(CN)_6].$$

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 geçmegine päsgel berýärler.

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

**3.** Ammoniý (kaliý) rodanidi (tiosianaty) gowşak kislota gurşawynda demriň(III) iony bilen gyzyl-gan ýaly kompleks birleşmesini $Fe(CNS)_3$ emele getirýär:

$$Fe^{3+} + 3CNS^- \rightleftarrows Fe(CNS)_3.$$

Demir $Fe^{3+}$ kationy geksasiano (II) kaliý ferraty - $K_4[Fe(CN)_6]$ bilen reaksiýa pH<3 ululykda geçirilmelidir. $K_4[Fe(CN)_6]$ artykmaç guýulmaly däldir, onuň ereýji görnüşli berlin lazuryny (owadan gara gök) emele getirmegi mümkindir.

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

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

$$Fe^{3+} + SCN^- = [FeSCN]^{2+}$$

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

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

lerinde rodanid ionlary bilen reaksiýalary şu täsirleşmeler görnüşinde geçýär:

1) $Fe^{3+} + 6H_2O = [Fe(H_2O)_6]_3+$ (akwakompleksleriň emele gelmegi);

2) $[Fe(H_2O)_6]^{3+} + SCN^- = [Fe(H_2O)_5SCN]^{2+} + H_2O$ ýa-da

$[Fe(H_2O)_6]^{3+} = [Fe(H_2O)_5]^{3+} + H_2O$;

3) $[Fe(H_2O)_5]^{3+} + SCN^- = [Fe(H_2O)_5SCN]^{2+}$ şonuň bilen bir hatarda;

$[Fe(H_2O)_6]^{3+} + = [Fe(H_2O)_5OH]^{2+} + H^+$;

4) $[Fe(H_2O)_5OH]^{2+} + SCN^- = [Fe(H_2O)_4(OH)SCN]^+ + H_2O$;

5) $[Fe(H_2O)_4(OH)SCN]^+ + H^+ = [Fe(H_2O)_5SCN]^{2+}$.

Reaksiýanyň geçirilişşertleri:

1) reaksiýany pH=2-de geçirmeli;

2) $NH_4SCN$ erginiň artykmajy erginiň reňkini goýulandyrýar.

3) Ilki bilen oksi birleşmeleri aýyrmaly;

4) Ftorowodorod, fosfor, myşýakly we başga kislotalaryň anionlary reaksiýany geçirmäge päsgel beryýärler. Olar durnukly $[FeF_6]^{3-}$ we ş.m. kompleks birleşmesini emele getirýär. SCN-ionlary bilen gyzyl reňkli NOSCN birleşmäni emele getirýän $NO_2$-ionlary hem päsgel beryýärler. Şonuň ýalyda güýçli okislendirijiler we gaýtaryjylar hem bolmaly däldirler.

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

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

Kompleksler $[Fe(SCN)]^{2+}$, $Fe(SCN)_3$ we $HFe(SCN)_4$ 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 täsirleşmeleriň biridir. Bu täsirleşmäni geçirmeklige demriň (III) iony bilen berk kompleks birleşiklerini emele getirýän fosfatlar, oksalatlar, rodanidler, sianidler, tartratlar, ftoridler päsgel beryärler.

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi***: 1-2 damja demir (III) ionyny saklaýan erginiň üstüne rodanid (tiosionat) ergininiň damjasyny damdyrýarlar. Erginde gyzyl reňk emele gelýär. Erginiň üstüne birnäçe damja efir ýa-da izoamil spirtini goşýarlar we çaýkaýarlar. Erginiň organiki gatlagy gyzyl 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 gowşak okislendirijidir, şoňa görä-de, işjeň gaýtaryjylar ($H_2S$, KJ we başgalar) bilen birleşip bilýär. Meselem:

$$2KJ + 2FeCl_3 = J_2 + 2FeCl_2 + 2KCl$$

ýa-da

$$2J^- + 2Fe^{3+} = J_2 + 2Fe^{2+}.$$

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi***: probirka 4-5 damja KI, 2-3 damja HCI ýa-da $H_2SO_4$, 3-4 damja demriň (III) duzuny guýmaly we silkelemeli. Erginiň goňur reňke geçmegi ýoduň sada madda görnüşinde bölünip çykýandygyny görkezýär. Benzol (ýa-da benzodin) goşulyp çaýkalandan 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 gyzyl-goňur reňke öwrülýär. Eger-de ergine suw goşup gaýnaýança gyzdyrsak, onda $Fe(CH_3COO)_3$üň gidrolizi güýçlenýär we goňur çökündi – esas duz emele gelýär:

$$Fe(CH_3COO)_3 + 2H_2O \rightleftarrows \downarrow Fe(OH)_2CH_3COO + 2CH_3COOH,$$

ýa-da

$$Fe^{3+} + 3CH_3COO^- + 2H_2O = \downarrow Fe(OH)_2CH_3COO + 2CH^3COOH.$$

Şu reaktiwiň

| реактив |
|---|

($CH_3COONa$) $Al^{3+}$ iony bilen hem şunuň ýaly täsirleşmä gatnaşýandygyny ýadyňyza salyň, ýöne $Al(OH)_2CH_3COO$ çökündisi ak reňklidir. III toparyň başga kationlary $CH^{3-}$ COONa bilen çökündi emele getirmeýärler.

**7. D*emriň (III) ionyny*** owkalamak usuly bilen (F.M. Flawiskiniň täsirleşmesi) açmak. Kiçijik farfor gapjagazyna ýa-da farfor tagtasynyň üstüne $Fe_2(SO_4)_3$ duzunyň birnäçe gaty kristallaryny ýerleşdirmeli, şol mukdarda hem gaty $NH_4SCN$ duzuny goşmaly we farfor taýajygynyň inçe tarapy bilen garyndyny bulaşdyryp, garyşdyrmaly. Şeýlelikde , garyndyda gyzyl-gan reňkli $Fe(SCN)_3$ emele gelýär.

Eger-de gury duz analiz edilmän, ergin halyndaky duz analiz edilse, onda demriň (III) ionyny açmak üçin, erginiň birnäçe damjasyny 2N $H_2SO_4$ 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 garyndysynyňanalizini 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 barlanyş 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 gurşawyny kesgitlemek we gerekli netije çykarmak.

ç) $NH_4^+$ ionyny açmak. III toparyň kationlary çökdürilende toparlaýyn reagenti $(NH_4)_2S$ 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 gidroksidleriniň çöküdilerini eretmek we $Fe^{2+}$ iony $Fe^{3+}$ iona çenli okislendirmek.

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

**7.** Çöküdini 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 HCI-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 $(NH_4)_2S$ bilen $NH_4OH$ we $NH_4Cl$ erginleriniň gatnaşmaklarynda çökdürmek we çöküdini $NH_{4-}$ NO3 saklaýan suw bilen ýuwmak.<br>Çöküdi: $Al(OH)_3$, $Cr(OH)_3$, $Fe_2S_3$, FeS, MnS, FeS, CoS we NiS | |
| 5. Çöküdini $HNO_3$-de eretmek (gyzdyrmak bilen), kükürdiň galyndysyny aýyrmak. | Sentrifugada: (erginde) $Ba^{2+}$, $Sr^{2+}$, $Ca^{2+}$, $Mg^{2+}$, $K^+$, $Na^+$, $(NH_4)_2S$ |
| Ergin: $Al^{3+}$, $Cr^{3+}$, $Fe^{2+}$, $Mn^{2+}$, $Zn^{2+}$, $Co^{2+}$, $Ni^{2+}$, $(HNO_3)$ | |

<table>
<tr><td colspan="4">6. Bölüp aýyrmak: $Al^{3+}$, $Cr^{3+}$ we $Zn^{2+}$ ionlaryny köpräk NaOH we $H_2O_2$ erginlerini guýup gyzdyrmak bilen $Fe^{3+}$, $Mn^{2+}$, $Co^{2+}$, $Ni^{2+}$ ionlaryndan bölüp aýyrmak.</td><td rowspan="5">4. Ergindäki artykmaç $(NH_4)_2S$-i dargatmak üçin $CH_3COOH$ guýup gaýnatmaly. Çöken kükürdi aýyrmaly. Gyzdyrmak we bugartmak bilen ammoniý duzlarynyň köp bölegini aýyrmak. Gyzdyrylandan soň galan çökündini HCI goşulan suwda eretmeli. II we I toparyň kationlaryny açmaly.<br>a) II toparyň kationlaryny I toparynyň kationlaryndan bölüp aýyrmak üçin ergininň üstüne II toparyň toparlaýyn reaktiwini $(NH_4)_2CO_3$, $NH_4Cl$ we $NH_4OH$ guýmaly we çökündini süzmeli.<br>b) Sentrifugada: I toparyň kationlary. Olary bölekleýin barlamak we açmak.</td></tr>
<tr><td colspan="2">Çökündi: $Fe(OH)_3$, $MnO(OH)_2$,$Cr(OH)_3$ we $Ni(OH)_2$.<br><br>7. Çökündini $H_2SO_4$ bilen $KNO_2$-niň garyşygynda eretmek, $Co^{2+}$ ionyny açmak.</td><td rowspan="2">Sentrifugada (ergin)<br>$AlO_2^-$ , $ZnO_2^{2-}$ , $CrO_2^-$ , (NaOH)<br>11. $CrO_4^{2-}$ ionyny açmak (ergininň bir bölegi bilen) we $CrO_4^{2-}$ iony bar bolsa ony ergininň düzüminden bölüp aýyrmak. /$CH_3COOH$ gatnaşmagynda $BaCl_2$ ergini bilen/</td></tr>
<tr><td colspan="2">Ergin: $Fe^{3+}$, $Mn^{2+}$, $Co^{2+}$, $Ni^{2+}$,</td></tr>
<tr><td colspan="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.</td><td>Çökündi: $BaCrO_4$ ($BaSO_4$) barlanmaýar</td><td>Sentrifugada: $Al^{3+}$, $Zn^{2+}$ ($Ba^{2+}$, $CH_3COOH$)</td></tr>
<tr><td>Çökündi: $Zn(OH)_2$, $MnO(OH)_2$</td><td>Sentrifugada: $[Co(NH_3)_6]^{3+}$, $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$.</td><td></td><td>12. Ergininň aýry böleklerinde a) $Al^{3+}$ ionyny;</td></tr>
</table>

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| | 9. $Ni^{3+}$ iony-ny açmak | | b) $Zn^{2+}$ ionyny açmak | |
| 10. $Cl^-$ ionyny ýuwup aýyrmak (çökündini ýuwmak bilen).<br>$Mn^{2+}$ 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 ($BaCO_3$, $SrCO_3$, $CaCO_3$, $(MgOH)_2CO_3$) üstüne uksus kislotasyny $CH_3COOH$ guýup gyzdyrmaly we emele gelen ergininiň 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 ergininiň üstüne $K_2CrO_4$ ýa-da $K_2Cr_2O_7$ + $CH_3COONa$ 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 $(NH_4)_2SO_4$-üň doýan erginini gyzdyrmak bilen täsir etdirýärler. Eger ergininiň düzüminde $Sr^{2+}$ iony bar bolsa, onda ak kristal görnüşli $SrSO_4$ çökündisi çökýär. Ony süzüp aýyrmaly we erginde $[Ca(SO_4)_2]^{2-}$, $Mg^{2+}$ ionlarynyň bardygyny barlamaly.

**3.** $Ca^{2+}$ ionyny açmak we bölüp aýyrmak üçin ergine $(NH_4)_2C_2O_4$ + $CH_3COOH$ 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 $Na_2HPO_4$ + $NH_4OH$ + +$NH_4Cl$ 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 öň ýanynda bu erginde $NH_4^+$ kationynyň barlygyna we ýoklugyna göz ýetirmelidir. Onuň üçin 1-2 damja erginiň üstüne Nesleriň reaktiwini $K_2[HgJ_4]$ täsir etdirýäris. Gyzyl 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 uksusturşy gurşawda uranil asetatynyň $UO_2(CH_3COO)_2$ erginini guýmaly. Ýaşylymtyl – sary $UO_2Na(CH_3COO)_3$ çökündiniň emele gelmegi $Na^+$ ionynyň bardygyny aňladýar.

**7.** $K^+$ ionyny açmak üçin ergine $Na_3[Co(NO_2)_6]$ natriniň geksanitrokobaltatyny (kobaltonitrit) täsir etdirmeli, emele gelen sary reňkli kristal çökündi $K_2Na[Co(NO_2)_6]$, $K^+$ ionynyň barlygyny subut edýär.

## 7.5. Kationlaryň dördünji topary.

IV toparyň toparlaýyn reagenti turşy gurşawda (pH=0,5) kükürtwodoroddyr $H_2S$. Hloridleriniň ereýjiliginiň dürlidigine göra 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 HCI-üň täsirinde çökündi emele getirýärler.

b) Ikinji toparça (mis toparçasy ) $Cu^{2+}$, $Cd^{2+}$, $Bi^{3+}$ we $Hg^{2+}$ ionlary gatnaşýarlar. Toparçanyň umumy çökdürijisi turşy gurşawda 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 döreýär. Bularyň toparlaýyn reagenti HCl – duz kislotasydyr. Bu kationlaryň hloridleri suwda ereýärler. Şonuň üçin HCI täsir etmeginde çökündi emele getirmeýärler. Simabyň (I) kationy $[Hg_2]^{2+}$ görnüşinde ýazylýar, ýöne aňsatlyk üçin $Hg_2^{2+}$ görnüşde hem ýazmak bolar. Sebäbi iki sany ikilikler gysgaldylyp simap(I)-ni aňladýar.

## Kümüş ionynyň täsirleşmeleri

1. ***Kükürtwodorod we ammoniý sulfidi.*** Kümşüň duzuna $H_2S$ ýa-da $(NH_4)_2S$ täsir etdirilse diňe gara çökündi $Ag_2S$ emele gelýär. Kümşüň sulfidi kümüş metalyna kislorodyň diňe bar bolan ýagdaýynda $H_2S$ täsir etdirilse hem emele gelýär, ýöne bu täsirleşme örän haýal geçýär:

$$4Ag + 2H_2S + O_2 = \downarrow 2Ag_2S + 2H_2O.$$

$Ag_2S$ örän az ereýjiligine we $Ag_2S$ /2Ag ulgamyň pes potensiallydygyna görä kislorod bolmasa hem emele gelip bilýär:

$$2Ag + H_2S = \downarrow Ag_2S + H_2\uparrow.$$

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

$$3Ag_2S + 8HNO_3 = 6AgNO_3 + 2NO + 3S + 4H_2O$$

$Ag^+$, $Pb^{2+}$, $[Hg_4]^{2+}$ kationlary toparlaýyn reagenti bolan duz kislotasy (HCl) bilen täsirleşende gowşak kislotalar şekilli kyn ereýji çökündi emele getirýärler:

$$AgNO_3 + HCl \rightarrow AgCl \downarrow + HNO_3$$

$$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl \downarrow$$

$$Pb(NO_3)_2 + 2HCl \rightarrow PbCl_2\downarrow + 2HNO_3$$

$Pb^{2+} + 2Cl^- \rightarrow PbCl_2\downarrow$

$Hg_2(NO_3)_2 + 2HCl \rightarrow Hg_2Cl_2\downarrow + 2HNO_3$

$Hg_2^{2+} + 2Cl^- \rightarrow Hg_2Cl_2\downarrow$

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

$AgCl + 2HCl \rightarrow H_2[AgCl_3]$, $PbCl_2 + HCl \rightarrow H[PbCl_3]$. Hloridleriň ereýjiligi dürlüdir. Suwuň 1000C temperaturasynda gurşun hloridiniň ereýjiligi üç esse ýokarlanýandyr. Şol wagtyň özünde kümüş hloridiniň we simap hloridiniň ereýjiligi öňküsinde galýar. Bu häsiýetler $Pb^{2+}$ kationyny $[Hg_2]^{2+}$, $Ag^+$ 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:

$Hg_2Cl_2 + 2NH_4OH \rightarrow [Hg_2NH_2]Cl\downarrow + NH_4Cl + 2H_2O$

$Hg_2Cl_2 + 2NH_4OH \rightarrow [Hg_2NH_2]Cl\downarrow + NH_4^+ + Cl^- + H_2O$

$[Hg_2NH_2]Cl \rightarrow [NH_2Hg]Cl\downarrow + Hg\downarrow$

Bu bolsa $[Hg_2]^{2+}$ kationyny $Ag^+$ kationyndan aýyrmaga mümkinçilik döredýär. Kümüş hloridi ammiagyň täsirinde kompleks duzlaryny emele getirýär we gowy ereýjidir:

$AgCl + 2NH_4OH \rightarrow [Ag(NH_3)_2]Cl + 2H_2O$

$AgCl + 2NH_4OH \rightarrow [Ag(NH_3)_2]^+ + Cl^- + 2H_2O$.

**2.** ***Aşgarlar we ammoniý gidroksidi*** erginden kümüşi durnuksyz gidroksid görnüşinde çökdürmän, goňur reňkli kümşüň oksidi görnüşinde çökdürýärler:

$2AgNO_3 + 2NaOH = 2AgOH + 2NaNO_3$

$2AgOH = \downarrow Ag_2O + H_2O$.

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, kümşüň ammiakly kompleks birleşmesini emele getirer:

$$Ag_2O + 4NH_4OH = 2[Ag(NH_3)_2]OH + 3H_2O$$

$Ag_2O$ 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 $K_2CrO_4$ kümşüň iony bilen kerpiç-gyzyl reňkli $Ag_2CrO_4$-iň çökündisini emele getirýär:

$$K_2CrO_4 + 2AgNO_3 \rightarrow Ag_2CrO_4\downarrow + 2KNO_3$$

$$2Ag^+ + CrO_4^{2-} = \downarrow Ag_2CrO_4.$$

Çökündi $HNO_3$-de we $NH_4OH$-da ereýär, emma $CH_3COOH$-da kyn ereýär. Täsirleşmäni geçirmek üçin pH=7 bolmaly. Aşgar gurşawynda kümşüň oksidi ($Ag_2O$) çökýär. Güýçli kislota we ammiak gurşawynda 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:

$$3Ag^+ + 2HPO_4^{2-} = \downarrow Ag_3PO_4 + H_2PO_4^-$$

Täsirleşmäni geçirip görüň.

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

Kümşüň hloridi $NH_4OH$ ergininde we ammoniý karbonatynda ereýär, sebäbi kislota-aşgar täsirleşmesinde ol ýeterlik mukdarda ammiak saklaýar:

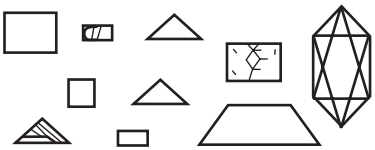
$$AgCl + 2NH_3 = [Ag(NH_3)_2]Cl$$

$$NH_4^+ + H_2O = NH_3 + H_3O^+$$

$$C + H_2O = HCO_3^- + OH^-.$$

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

Eger-de ýuwaş-ýuwaşdan kristallaşmak geçse, ammiak ergininden $[Ag(NH_3)_2]Cl$-ny kiçijik altyburçly, üçburçly, ýyl dyz şekilli we ş.m. *(9-njy surat*) kristallary emele gelýär.



9-njy surat. $[Ag(NH_3)_2]Cl$ kristallarynyň görnüşleri

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

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi:*** I. Probirkadaky 3-4 damja kümüş ionyny saklaýan ergine 2-3 damja 2M $HNO_3$ ergini we 3-4 damja 2M HCI ergini guýmaly. Ak çökündi emele gelýär. Çökündini süzýärler, ýuwýarlar we 4-5 damja konsentrirlenen $NH_3$ ergini bilen işleýärler. Täzeden ýene süzýärler we süzgüçden geçen ergine $HNO_3$ (1:1) erginini 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 HCI erginini guýýarlar. Amorf şekilli ak çökündi emele gelýär. Ony süzýärler, suw bilen ýuwýarlar we 2-3 damja konsentrirlenen $NH_3$ ergini bilen işleýärler. Alnan erginiň damjasyny predmet aýnasynyň üstünde ýerleşdirýärler. Birnäçe wagtdan, erediji uçup gidenden soň $[Ag(NH_3)_2]Cl$-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 $[Pb(CH_3COO)_4]^{2-}$ kompleksi praktikada köp ulanylýar. Ol gurşun sulfatyny (PbSO4) asetatda eredilip alynýar.

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

$$Pb(OH)_2 + 2H^+ = Pb^{2+} + 2H_2O;$$

$$H_2PbO_2 + 2OH^- = PbO_2^{2-} + 2H_2O.$$

Ammiak reaktiwiň 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:

$$Pb^{2+} + 2OH^- = \downarrow Pb(OH)_2$$

Çökündi kislotalarda we artykmaç aşgarlarda ereýär:

$$Pb(OH)_2 + 2H^+ = Pb^{2+} + 2H_2O$$

$$H_2PbO_2 + 2OH^- = PbO_2^{2-} + 2H_2O.$$

Emma gurşun gidroksidi ammiagyň artykmaç erginde eremeýär.

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

$Pb^{2+} + CrO_4^{2-} = \downarrow PbCrO_4$

$2Pb^{2+} + Cr_2O7^{2-} + H_2O = 2PbCrO_4 + 2H^+$

$Cr_2O7^{2-} + H_2O \leftrightarrow 2CrO_4^{2-} + 2H^+$.

Açmaklygyň 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:

$PbCrO_4 + 4NaOH = Na_2Pb(OH)_4 + Na_2CrO_4$.

Bu täsirleşme $PbCrO_4$-i aşgarda eremeýän $BaCrO_4$-den tapawutlandyrmaga kömek edýär. Gurşunyň açylmagyna hromat ionlary bilen reňkli çökündi emele getirýän $Ba^{2+}$, $Sr^{2+}$, $Bi^{3+}$, $Hg^{2+}$, $Ag^+$ ionlary päsgel beryärler. Gurşunyň 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 gyzdyrmak bilen ammoniý tartratynda ýa-da asetatynda eredýärler. Şeýlelikde gurşun kompleks birleşme görnüşinde ergine geçýär:

$$2PbSO_4 + 2CH_3COONH_4 = Pb_2SO_4(CH_3COO)_2 + (NH_4)_2SO_4$$

$$PbSO_4 + C_4H_4O_6(NH_4)_2 = (NH_4)_2PbC_4H_2O_6 + H_2SO_4$$

Alnan erginiň üstüne uksus kislotasy we $K_2Cr_2O_7$ guýulsa, sary çökündi ($PbCrO_4$) emele gelýär.

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi***: I. 2-3 damja gurşunyň ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja 2M $CH_3COOH$ goşýarlar, 2-3 damja natriý ýa-da ammoniý asetatynyň erginini we 2-3 damja $K_2Cr_2O_7$ erginini goşmaly. Sary çökündi emele gelýär. Çökündini süzýärler we erginden aýyrýarlar. Çökündä 2-3 damja 2M NaOH erginini täsir etdirýärler. Cökündi ereýär.

Päsgel berýän ionlaryň barlygynda 3-4 damja barlaýan erginimiziň üstüne 3-4 damja 2M $H_2SO_4$ guýýarlar we suw gurşawynda gyzdyrýarlar. Emele gelen çökündini süzýärler, suw bilen ýuwýarlar we gyzdyrmak 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 $K_2Cr_2O_7$ guýýarlar. Sary çökündi emele gelýär.

3. ***Kaliý ýodidi*** KJ gurşun (II) iony bilen sary çökündini-gurşunyň ýodidini emele getirýär:

$$Pb^{2+} + 2J^- = \downarrow PbJ_2$$

Çökündi gyzdyrylanda aňsat ereýär we ergin sowadylanda bolsa ýene täzeden çökündi çökýär. Bu analitiki täsirleşmeleriň içinde iň owadanlarynyň biridir. Gurşunyň açylmak derejesi –10 mkg. Täsirleşme saýlaýjy (selektiw) däl. Köp ionlar, meselem $Ag^+$, 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 gurşunyň 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.

$$S = C \begin{cases} NH - NH - C_6H_5^- \\ NH = N - C_6H_5 \end{cases}$$

4. ***Ditizon (difeniltiokarbazon)***. Aram we gowşak aşgar ergininde ditizon gurşunyň iony bilen gyzyl reňkli içki kompleks birleşmesini emele getirýär. Açmaklyk derejesi –0,8 mkg.

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

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi:*** 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 hlorly ugleroddaky erginini guýýarlar. Garyndyny 30 sekuntlap güýçli çaýkaýarlar. Gurşunyň diňe bar bolan ýagdaýynda reagentiň ýaşyl reňki gyzyl reňke geçýär. Päsgel 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 hlorly ugleroddaky erginini guýmaly, garyndyny çaýkamaly. 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 $[Hg_2]^{2+}$, 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 $(NH_4)_2S$. Simabyň $Hg_2^{2+}$ ionyny saklaýan ergininiň üstüne sulfid iony goşulsa HgS-den we Hg –dan ybarat gara çökündi emele gelýär:

$$Hg_2^{2+} + S^{2-} = \downarrow Hg + \downarrow HgS.$$

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

$$[Hg_2]^{2+} = Hg^{2+} + Hg.$$

Simabyň açylmak derejesi –5 mkg. Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 3-4 damja $Hg_2(NO_3)^2$ ergininiň üstüne 2-3 damja ammoniý sulfidiniň erginini guýmaly. Gara çökündi emele gelýär.

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

$$Hg_2(NO_3)_2 + 2NaOH = Hg_2O \downarrow + 2NaNO_3 + H_2O$$

$$[Hg_2]^{2+} + 2OH^- = Hg_2O \downarrow + H_2O$$

***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:

$$Hg_2(NO_3)_2 + 2NH_4OH = \downarrow [NH_2Hg_2]NO_3 + NH_4NO_3 + 2H_2O.$$

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



$$[NH_2Hg_2]NO_3 = \downarrow [NH_2Hg]NO_3 + \downarrow Hg.$$

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 ergininiň üstüne 3-4 damja KJ erginini guýmaly.

$$Hg_2^{2+} + 2J^- = \downarrow Hg_2J_2$$

Ýaşylymtyl çökündi emele gelýär.

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



$$Hg_2^{2+} + CrO_4^{2-} = \downarrow Hg_2CrO_4.$$

Çökündi aşgarlarda we gowşak azot kislotasynda eremeýär.

**6.** ***Simabyň ionyny*** simabyň metalyna çenli gaýtarmak:

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

$$Hg_2^{2+} + 2Cl^- = \downarrow Hg_2Cl_2$$

$$Hg_2Cl_2 + Sn^{2+} = 2Hg + Sn^{4+} + 2Cl^-.$$

b) eger-de $Hg_2(NO_3)_2$-niň ergininiň 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:

$$[Hg_2]^{2+} + Cu = Cu^{2+} + 2Hg.$$

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

**Simabyň (II) ionynyň täsirleşmeleri**

**1.** ***Kükürtwodorod*** $H_2S$ ýa-da aşgar metallarynyň sulfidleri turşy gurşawda (6-7 M HCI) HgS-iň gara çökündisini emele getiryärler. Hg «Patyşa 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 HCI 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 sentrifugirlemeli. Çökündiniň bir bölegini başga probirka geçirmeli (iki probirka bölmeli). Birinji probirkadaky çökündini «Patyşa aragynda» eretmeli, ikinji probirkadaky çökündini bolsa, HCI 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:

$$Hg^{2+} + 2OH^{-} = Hg(OH)_2$$

$$Hg(OH)_2 = \downarrow HgO + H_2O$$

Ýa-da

$$Hg(NO_3)_2 + 2NaOH = \downarrow HgO + 2NaNO_3 + H_2O$$

***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 ($HgJ_2$) emele getirýär. Çökündi ($HgJ_2$) kaliý ýodidiniň artykmaç ergininde, tiosulfatyň ýa-da sianidiň ergininde durnukly berk kompleks birleşmäni emele getirýär.

$[HgJ_4]^{2-}$ kompleks iony saklaýan ergininiň üstüne $NH_3$ erginini ýa-da ammoniý ýodidini saklaýan duzy we goýy aşgar erginini guýsaň, degişli gyzyl-goňur reňkli çökündi emele gelýär:

$$NH_4Cl + 2K_2[HgJ_4] + 4KOH = \downarrow [0 \left\langle \begin{matrix} Hg \\ NH_2 \\ Hg \end{matrix} \right] J + 7KJ + KCl + 3H_2O.$$

Şu reaksiýa Nesleriň täsirleşmesi diýlip atlandyrynýän täsirleşme $Hg^{2+}$ we $NH^{+}_4$ ionlaryny açmak üçin ulanylýar. Simap (II) ionynyň açylmak derejesi – 5 mkg.

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi*** : 1-2 damja simabyň (II) ionyny saklaýan ergininiň üstüne, damja-damjadan tä $HgJ_2$ çökündisi emele gelýänçä KI erginini damdyrýarlar. Soň emele gelen çökündiniň üstüne tä çökündi eräp, $[HgJ_4]^{2-}$ iony emele getirýänçä artykmaç KI erginini guýýarlar. Emele gelen ergininiň üstüne 1-2 damja $NH_4Cl$ erginini we 1-2 damja 30%-li KOH erginini goşýarlar. Gyzylymtyl-goňur çökündi emele gelýär.

**4.** $[Hg_2]^{2+}$-ionyny simap metalyna çenli gaýtarmak. $[Hg_2]^{2+}$ 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.

$[Hg_2]^{2+}$ ionyny saklaýan erginden ýokarda sanalan metallaryň haýsy hem bolsa biriniň täsir etmeginden metal halyndaky simap bölünip çykýar:

a) $[Hg_2]^{2+} + 2Cl^- \rightarrow Hg_2Cl_2\downarrow$;

b) $Hg_2Cl_2 + Sn^{2+} \rightarrow 2Hg \downarrow + Sn^{+4} + 2Cl;^-$

ç) $Hg_2(NO_3)_2 + Cu \rightarrow Cu(NO_3)_2 + 2Hg \downarrow$.

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

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

$2HgCl_2 + [SnCl_4]^{2-} = \downarrow Hg_2Cl_2 + [SnCl_6]^{4-}$

$Hg_2Cl_2 + [SnCl_4]^{2-} = \downarrow 2Hg + [SnCl_6]^{4-}$.

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 HCI 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 gurşawynda bir näçe agyr metallaryň ionlary (Cu, Fe, Co, Ni, Pb, Ag we başgalar) simabyň açylmagyna päsgel beryärler. Esasan hem Cr (VI) kationy güýçli päsgel beryär, sebäbi ol reagent bilen has dok reňkli birleşme

emele getirýär. Anionlar $CN^-$, $Br^-$, $J^-$ we köp mukdardaky C- a hem päsgel beröärler. 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.

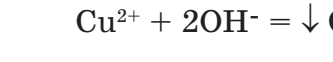
***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi:*** 1) 3-4 damja simabyň (II) ionyny saklaýan erginiň üstüne 3-4 damja 0,2 M $HNO_3$ erginini we 2-3 damja I%-li difenilkarbazonyň etanoldaky erginini goşmaly. Simabyň ergininiň konsentrasiýasyna görä syýa reňkden gök reňke geçýän çökündi emele gelýär.

2) süzgüç kagyzynyň üstüne täze taýýarlanylan I%-li reagentiň ergininiň bir damjasyny ýerleşdirýärler we onuň üstüne analiz edýän erginimizden bir damja gosýarlar. Kagyzyň üstünde syýa reňkden başlap, gök reňke öwrulýan tegmil emele gelýär.

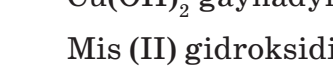
**Mis ionynyň täsirleşmeleri**

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 ($Cu(OH)_2$) emele gelýär. Çökündi gyzdyrylanda mis II oksidine (CuO) öwrülmegi sebäpli garalýar:

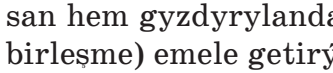


$$Cu^{2+} + 2OH^- = \downarrow Cu(OH)_2$$



$Cu(OH)_2$ gaýnadylýar $CuO + H_2O$.

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



$$Cu(OH)_2 + 2NaOH = Na_2[Cu(OH)_4].$$

***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 ergininiň reňkiniň gök reňke öwrülýändigine gözüňizi ýetiriň. Çökündiniň eýleki bölegini HCl-da ýa-da $H_2SO_4$-de erediň.

**2.** ***Ammoniý gidroksidi*** ($NH_4OH$) misiň (II) iony bilen ýaşylymtyl reňkli esas duz (gidroksosulfat) emele getirýär:

$$2CuSO_4 + 2NH_4OH = \downarrow (CuOH)_2SO_4 + (NH_4)_2SO_4$$

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

$$CuSO_4 + 4NH_4OH \rightarrow [Cu(NH_3)_4]SO_4 + 4H_2O$$

$$Cu_2(OH)_2SO_4 + 8NH_4OH = 2[Cu(NH_3)_4]^{2+} + SO_4^{2-} + 2OH^- + 8H_2O$$

mis ammiakaty

ýa-da ion görnüşlerinde:

$$2Cu^{2+} + SO_4^{2-} + 2NH_4OH = \downarrow (CuOH)_2SO_4 + 2NH^{4+}$$

$$Cu_2(OH)_2SO_4 + 8NH_4OH = 2[Cu(NH_3)_4]^{2+} + SO_4^{2-} + 2OH^- + 8H_2O.$$

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi***: 3-4 damja misiň (II) duzunyň ergininiň üstüne gowşak ammoniý gidroksidiniň erginini ilki bilen tä ýaşylymtyl 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 gurşawda misiň (II) ionyny gyzylymtyl-goňur reňkli çökündi ($Cu_2[Fe(CN)_6]$) görnüşinde çökdürýär, täsirleşme ion görnüşde:

$$2Cu^{2+} + [Fe(CN)_6]^{4-} = \downarrow Cu_2[Fe(CN)_6].$$

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

$$Cu_2\,[Fe(CN)_6] + 4OH^- = \downarrow 2Cu(OH)_2 + [Fe(CN)_6]^{4-}.$$

Misiň (II) ionynyň açylmak derejesi –10 mkg. Täsirleşmäniň geçmegine $Fe^{3+}$, $Ni^{2+}$, $Co^{2+}$ ionlary päsgel beryär, sebäbi bu ionlar hem reagent bilen reňkli çökündi emele getirýärler. Şonuň 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 $K_4[Fe(CN)_6]$ guýmaly. Gyzyl-goňur reňkli çökündi emele gelýär.

**4.** ***Ammoniý tetrarodanomerkuriaty*** (II) uksus kislotasynyň gurşawynda misiň (II) iony bilen sink ionynyň gatnaşmagynda izomorf görnüşli syýa reňkli $Cu[Hg(SCN)_4]$ we $Zn[Hg(SCN)_4]$ kristallaryny emele getirýärler. Şu täsirleşme geçer ýaly misiň (II) duzunyň örän gowşak erginini almaly, ýogsam syýa reňkli çökündiniň ýerine sarymtyl-ýaşyl çökündi ($Cu[Hg(SCN)_4]$) 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 ) $Cu[Hg(SCN)_4]$ 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 I%-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 damjasyný we reagentiň bir damjasyny goşýarlar. Netijede, emele gelen sarymtyl-ýaşyl reňkli $Cu[Hg(SCN)_4]$ kristallara – iňňe şekilli ýyldyzjyklara mikroskop astynda seretmeli.

**5.** Natriý tiosulfaty $Na_2S_2O_3$. Kislota gurşawda misiň (II) duzunyň erginine, $Na_2S_2O_3$ duzunyň ergini goşulanda, kompleks duzunyň emele gelmegi sebäpli ergin reňksizlenýär.

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

$$2Cu^{2+} + 2S_2O3^{2-} + 2H_2O = \downarrow Cu_2S + \downarrow S + 4H^+ + 2SO_4^{2-}$$

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

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

$$3Cu^{2+} + 2Al = \downarrow 3Cu + 2Al^{3+}.$$

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 gowşak $H_2SO_4$-üň bar bolan ýagdaýynda çökýär.

Mis $HNO_3$-de aňsat ereýänligi sebäpli çökündi emele getirmeýär:

$$3Cu + 2NO^{3-} + 8H^+ = 3Cu^{2+} + \uparrow 2NO + 4H_2O.$$

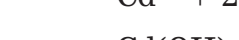
Şeýlelikde, misiň (II) ionyny kadminiň (II) ionyndan bölüp aýyrmazdan öň $HNO_3$-i erginden doly aýyrmaly. Onuň üçin ergini $H_2SO_4$-üň gatnaşmagynda bugartmaly.

**Kadmiý ionynyň täsirleşmeleri**

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

$Cd^{2+} + 2OH^- = \downarrow Cd(OH)_2$

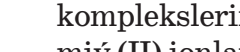
ýa-da



$CdCl_2 + 2NaOH = \downarrow Cd(OH)_2 + 2NaCl.$

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

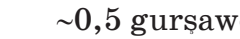
$Cd^{2+} + 2OH^- = \downarrow Cd(OH)_2$



$Cd(OH)_2 + 4NH_4OH = [Cd(NH_3)_4]^{2+} + 2OH^- + 4H_2O.$

$[Cu(NH_3)_4]^{2+}$-den tapawutlanyp, $[Cd(NH_3)_4]^{2+}$ 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 pH ~0,5 gurşawda kadminiň iony bilen sary çökündi (kadminiň sulfidini) emele getirýärler. Çökündi natriniň sulfidinde eremeýär, emma güýçli duz we azot kislotalarynda ereýär:



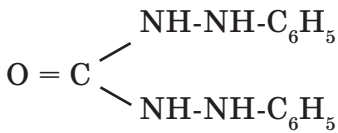
$CdS + 4HCl = H_2[CdCl_4] + H_2S \uparrow$

$CdS + 4HNO_3 = Cd(NO_3)_2 + S + 2NO_2 + 2H_2O.$

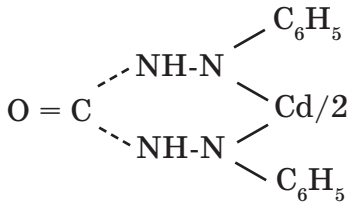
Kadminiň açylmak derejesi –100 mkg. Şu ýagdaýda $Cd^{2+}$ ionyny eremeýan sulfidleri emele getirýän birnäçe metallaryň ionlary $Cu^{2+}$, $Hg^{2+}$, $Bi^{3+}$, Sn (II, IY), Sb (III, Y) we başgalar päsgel beryärler.

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

**4.** ***Difenilkarbazid*** (I) aram we gowşak turşy gurşawda kadminiň iony bilen gök-syýa reňkli ýa-da gyzyl-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.




I

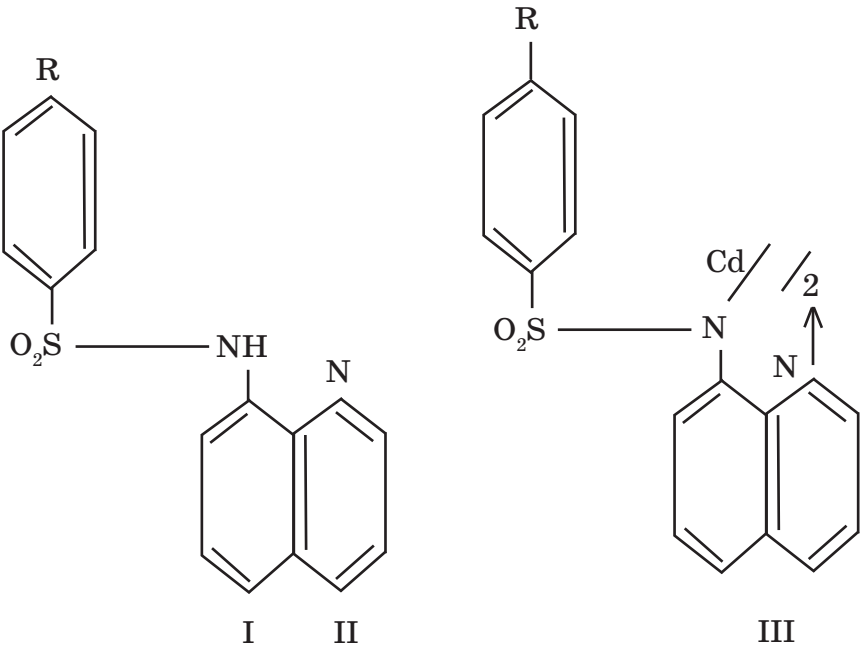



II

Kadminiň açylmak derejesi –100 mkg. Misiň (II), simabyň (II), gurşunyň (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 kagyzyna sorduryarlar we guradýarlar. Soň täsirleşmäni ýokarda görkezilişi ýaly geçirýärler.

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




Ýagtylyk goýbermekligiň iň ýokary wagty 1-2 minut.

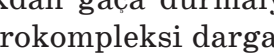
Kadmiý üçin lýuminessent täsirleşmesini probirkada ýa-da süzgüç kagyzynda geçirmek bolar. I bilen açmaklygyň derejesi (0,03 mkg) II bilen açmaklyga den (0,05 mkg.) garanda azdyr. Ýagtylanmagy Fe/II, III), $Co^{2+}$, $Ni^{2+}$, $Mn^{2+}$, $Cu^{2+}$ ionlary azaldýarlar. Şu kationlaryň täsirini azaltmak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

Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 1. Probirkada 2-3 damja kadmiý ionyny saklaýan ergininiň 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 gurşawda geçirmek gerek bolsa, onda analiz edilýän erginimiziň üstüne I $sm^3$ hloroform guýýarlar. Ekstragirlemekligi 1-2 minutyň dowamynda geçirýärler we ekstaktyň ýaşyl ýagtylanma berýändigine gözegçilik edýärler.

**2.** Süzgüç kagyzyň üstüne bir damja barlaýan erginimizden damdyrýarlar. Onuň üstüne 25%-li ammiak erginini we bir damja 0,01%-li reagentiň etanolly (asetonly) erginini damdyrýarlar. Ultramelewşe ýagtylygyň täsirinden tegmiliň ýaşyl flýuoressensiýany berýändigine syn etmeli.

**Wismut ionynyň täsirleşmeleri**

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



$$SnCl_4^{2-} + 4OH^- = Sn(OH)_4^{2-} + 4Cl^-$$

$$2Bi(OH)_3 + 3Sn(OH)_4^{2-} = \downarrow 2Bi + 3Sn(OH)_6^{2-}.$$

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

$$2Sn(OH)_4^{2-} = Sn(OH)_6^{2-} + \downarrow Sn + 2OH^-.$$

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 natriý gidroksidiniň erginini tä galaýynyň (II) gidroksidi emele gelýänçä guýmaly we soň guýmaklygy tä emele gelen çökündi ereýänçä dowam etmeli. Emele gelen ergininiň üstüne bir damja wismutyň nitratyny damdyrmaly. Gara çökündi emele gelýär.

**2.** ***Kaliý ýodidi.*** Turşy gurşawda wismutyň (III) ionyny bilen kompleks birleşmäni $BiZn(3-n)^+$ (pH =1-6) emele getirýär. Düzümi BiJ3 bolan gara çökündi, KJ artykmaç ergininde eräp, kompleks iony ($[BiJ_4]^-$) emele getirýär:

$$BiCl_3 + 3KJ = \downarrow BiJ_3 + 3KCl$$

$$BiJ_3 + KJ = K[BiJ_4]$$

$[BiJ_4]^-$ ionyny saklaýan ergini has gowşatsak, ýagny köp suw guýsak, onda mämişi çökündi, BiOJ duzy emele gelýär:

$$K[BiJ_4] + H_2O = \downarrow BiOJ + KJ + 2HJ.$$

Wismutyň açylmak derejesi – 0,5 mkg.

8 oksihinolin kompleks iony $[BiJ_4]^-$ 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 $Na_2S_2O_3$ 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 ergininiň üstüne, damjalap KJ ergini-ni güýýarys. Ilki bilen çöküdiniň emele gelişine we soňra bolsa artykmaç KJ guýulanda çöküdiniň eräp, ergininiň mämişi reňke öwrülişine gözegçilik ediň!

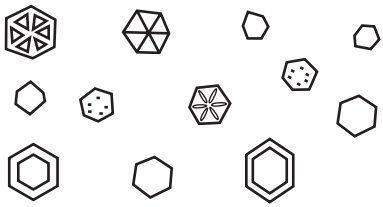
**2.** Süzgüç kagyzynyň bölejigini $ZnCl_2$ ergini bilen ölleýärler we şondan soň wismutyň (III) ionyny saklaýan ergini we reagentiň erginini (8-oksihinolin we KJ I:I gatnaşygynda) damdyrýarlar. Kagyzyň üstünde mämişi-gyzyl reňkli tegmiliň emle gelmegi wismutyň bar bolan ýagdaýyny görkezýär.

**3.** ***Lýuminessent täsirleşmesi***: Duz kislotasy wismut ionlary bilen 1-8 M HCI gurşawynda $[BiCl_5-]^{2-}$ kompleksini we 8-11 M HCI gurşawynda $[BiCl_6^-]^{3-}$ kompleksini emele getirýär. Wismutyň (III) ionyny saklaýan duzuň turşy gurşawdaky doňdurylan ergini pes temperaturada gök asman reňkli ýagtylanmany beryär. 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 kagyzy 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 $[BiCl_5]^{2-}$ 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 · $H_2O$ kristallary.

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

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

## 7.6. KATIONLARYŇ BÄŞINJI TOPARY

Myşýak ionlarynyň täsirleşmeleri. Myşýak (III), esasan hem erginde $AsO_3^{3-}$ ýa-da $AsO^{2-}$ anionlary görnüşde bolýar. Şu anionlary saklaýan ergine kislota goşulsa, onda anionlar As (III) kationyna öwrülýär. As (III) ionynyň goýulygy käbir täsirleşmeleriň geçmegi üçin ýeterlikdir.

Myşýak (VI), esasan, diňe $AsO_4^{3-}$ (ýa-da $HAsO_4^{2-}$) anionlaryny emele getirýär. Bularyň hemmesi suw ergininde reňksizdirler. Myşýagyň 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 NH4OH-da ereýär. $NH_4OH$-da erände kompleks ion ($[Ag(NH_3)_2]^+$) 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 okislenýär).

$$AsO_3^{3-} + J_2 + H_2O = AsO_4^{3-} + 2J^- + 2H^+.$$

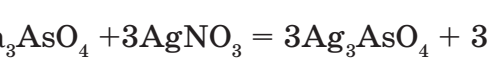
Täsirleşmäniň netijesinde ýoda mahsus bolan goňur reňkiň aýrylýandygyny aňsat görmek bolýar. Wodorod ionyny ($H^+$) birleşdirip, täsirleşmäniň deňagramlylygyny saga tarap süýşürer ýaly täsirleşmä natriý gidrokarbonatyny goşýarlar:

$$HJ + NaHCO_3 = NaJ + H_2O + CO_2\uparrow.$$

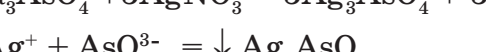
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: probirkadaky 2-3 damja $Na_3AsO_3$ ergininiň üstüne az mukdarda gaty $NaHCO_3$ goşmaly, ol eränden soň bolsa 1-2 damja ioduň erginini damdyrmaly. Täsirleşmäniň netijesinde ergininiň reňkiniň ýitýändigine gözegçilik ediň!

## Arsenat ionynyň täsirleşmeleri

**1.** ***Kümüş nitraty*** ($AgNO_3$) . iony bilen goňur-şokolad reňkli $Ag_3AsO_4$ çökündisini emele getirýär. Çökündi $HNO^{3-}$ de we $NH_4OH$-da ereýär:



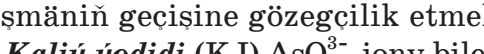
$$Na_3AsO_4 + 3AgNO_3 = 3Ag_3AsO_4 + 3NaNO_3$$



$$3Ag^+ + AsO^{3-}{}_4 = \downarrow Ag_3AsO_4$$

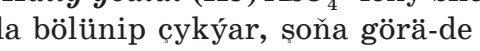
Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi: 3-4 damja $Na_3AsO_4$ ergininiň üstüne 2-3 damja $AgNO_3$ erginini guýmaly we täsirleşmäniň geçişine gözegçilik etmeli.

**2.** ***Kaliý ýodidi*** (KJ) $AsO_4^{3-}$ iony bilen okislenip, ýod sada halynda bölünip çykýar, şoňa görä-de ergininiň reňki göňur reňke öwrülýär:



$$Na_3AsO_4 + 2KJ + 2HCl = Na_3AsO_3 + J_2 + 2KCl + H_2O$$

ýa-da



$$AsO4^{3-}{}_4 + 2J^- + 2H^+ \rightleftarrows As_3{}^{3-} + J_2 + H_2O.$$

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 süýşmegini üpjün eder.

Täsirleşmäniň yerine ýetirilişi: 2-3 damja $Na_3AsO_4$ ergininiň üstüne 1-2 damja 5N HCI, 3-4 damja benzol (ýa-da benzin) guýmaly we çaýkamak bilen KJ erginini damjalap damdyrmaly. $J_2$ suwa garanynda benzolda gowy ereýär we şoňa 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*** ($MgCl_2 + NH_4Cl + NH_4OH$) ýa-da magniý duzunyň $NH_4OH$-ny we $NH_4Cl$-yň gatnaşmagynda arsenat iony bilen ak kristal şekilli $MgNH_4AsO_4$. $6H_2O$ çökündini emele getirýär:

$$Na_3AsO_4 + MgCl_2 + NH_4OH = MgNH_4AsO_4 + 2NaCl + NaOH$$

ýa-da

$$Mg^{2+} + NH_4OH + AsO_4^{3-} = MgNH_4AsO_4 + OH^-$$

Şu täsirleşme $Mg^{2+}$ ionyny açmak üçin ulanylan täsirleşmä meňzeşdir. Ondan tapawudy $PO_4^{3-}$ ionynyň ýerini, şoňa 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 biribirinden bölüp aýyrmak üçin ulanýarlar.

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

4. ***Molibden suwuklygy*** (ammoniý molibdatynyň $(NH_4)_2MoO_4$ azot kislotasyndaky ergini) $AsO_4^{3-}$ iony bilen ammoniý arsenomolibdatynyň sary kristal çökündisini emele getirýär:

$$Na_3AsO_4 + 12(NH_4)_2MoO_4 + 24HNO_3 = \downarrow(NH_4)_3H_4[As(Mo_2O_7)_6] + \\ + 21NH_4NO_3 + 3NaNO_3 + 10H_2O$$

ýa-da

$$AsO_4^{3-} + 3NH_4^+ + 12MoO_4^{2-} + 24H + = \downarrow(NH_4)_3H_4[As(Mo_2O_7)_6] + \\ + 10H_2O.$$

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 gyzdyrmaly.

Çökündi azot kislotasynda eremeýär, ýöne iýiji aşgarlarda we ammiakda aňsat ereýär. $PO_4^{3-}$ iony hem şuňa meňzeş çökündi $(NH_4)_3H_4[P(Mo_2O_7)_6]$ emele getirýär. Ýöne bu çökündileriň tapawudy $(NH_4)_3H_4[P(Mo_2O_7)_6]$ suwuklykda adaty temperaturada emele gelýär. $(NH_3)_4H_4[As(Mo_2O_7)_6]$ çökündini almak üçin ergini tä gaýnaýança gyzdyrmaly bolýar.

## Sürme ionlarynyň täsirleşmeleri

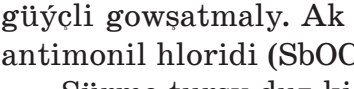
Sürme hem myşýak ýaly iki hili birleşme emele getirýär. Şolaryň birinde ol üç walentli, beýlekisinde bäş walentlidir. Olaryň duzlary reňksizdirler we wismutyň duzlaryna garanyňda güýçli gidrolizleşýärler:

$$SbCl_3 + H_2O \rightleftarrows SbOCl\downarrow + 2HCl.$$

## 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 $[SbCl_6]^{3-}$ we $[SbCl_6]^-$.

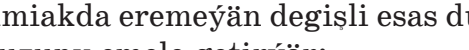


$$[SbCl_6]^{3-} + H_2O \rightleftarrows SbOCl + 5Cl^- + 2H^+$$
$$[SbCl_6]^- + H_2O \rightleftarrows SbOCl_3 + 3Cl^- + 2H^+.$$

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

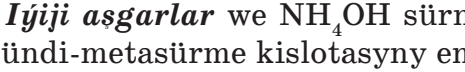
Sb (III) iony suw erginlerinde natriý antimonaty ($Na_3SbO_3$) görnüşinde bolýar. Turşy erginlerde bolsa kompleks anion görnüşinde ($[SbCl_6]^-$) bolýar.

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



$$SbOCl + H_2C_4H_4O_6 = (SbO)HC_4H_4O_6 + HCl.$$

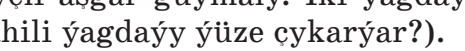
**2.** ***Iýiji aşgarlar*** we $NH_4OH$ sürmäniň (III) duzy bilen ak çökündi-metasürme kislotasyny emele getirýärler:



$$[SbCl_6]^{3-} + 3OH^- = \downarrow HSbO_2 + 6Cl^- + H_2O.$$

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

$$HSbO_2 + 6HCl = H_3[SbCl_2] + 2H_2O$$



$$HSbO_2 + NaOH = NaSbO_2 + H_2O$$

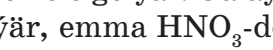
**3.** ***Metallar***. Metallaryň aktiwlik hatarynda sürmeden çepde duranlary sürme (III) ionyny metal şekilli sürmä çenli gaýtaryp bilýärler:

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 gelýär:

$$2[SbCl_6]^{3-} + 3Sn = \downarrow 2Sb + 3Sn^{2+} + 12Cl^-.$$

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

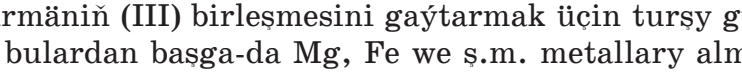
b) sink bilen gaýtarmak. Platina plastinkasynyň üstüne 1-2 damja sürmäniň (III) erginini ýerleşdirmeli we onuň üstüne sink metalynyň bölejigini goýmaly. Sink metalyny platina plastinkasy bilen ýan-ýana goýmaly. Şeýlelikde, galwaniki jübüt emele gelýär. Otrisatel zarýadlanan elektrod Zn bolýar, položitel zarýadlanan elektrod bolsa Pt bolýar. Sinkden berlen elektrony platina sürmä geçirmek bilen, sürme metal görnüşde bölünip çykýar. Platina plastinkasynyň üstünde gara reňkli tegmil emele gelýär. Galaýydan tapawutlylykda sürme HCI-da eremeýär, emma $HNO_3$-de ereýär.



$$2SbCl_3 + 3Zn = 2Sb + 3ZnCl_2$$

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

**4.** ***Natriý tiosulfaty*** $Na_2S_2O_3$ sürmäniň (III) duzlary bilen gyzdyrylanda gyzyl çökündi $Sb_2OS_2$ sürmäniň kükürtoksidini emele getirýär:



$$2SbCl_3 + 2Na_2S2O_3 + 3H_2O = Sb_2OS_2 + 2H_2SO_4 + 4NaCl + 2HCl$$

$$2Sb^{3+} + 2S_2O_3^{2-} + 3H_2O = Sb_2OS_2 + 2SO_4^{2-} + 6H^+.$$

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

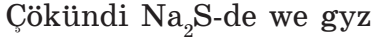
**5.** ***Kükürtwodorod*** ýa-da aşgar metallaryň sulfidleri güýçli tursy gurşawda sürmäniň (III) duzlary ($SbCl_3$) bilen mämişi-gyzyl reňkli çökündi emele getirýär:

$$2[SbCl_6]^{3-} + 3H_2S = \downarrow Sb_2S_3 + 6H^+ + 12Cl^-$$

Çökündi $Na_2S$-de we gyzdyrylanda iýiji aşgarlarda ereýär, emma $(NH_4)_2CO_3$-de eremeýär (myşýakdan tapawudy):



$$Sb_2S_3 + 3Na_2S = 2Na_3SbS_3$$



$$Sb_2S_3 + 4NaOH = NaSb(OH)_4 + Na_3SbS_3$$

***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:

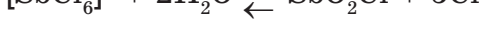
$$[SbCl_6]^- + 2H_2O \rightleftarrows SbO_2Cl + 5Cl^- + 4H^+$$

Çökündi duz kislotasynyň artykmaç mukdarynda ereýär.

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

$$[SbCl_6]^- + 5OH^- = HSbO_3\downarrow + 6Cl^- + 2H_2O.$$

**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 çykarýarlar:



$$2[SbCl_6]^{1-} + 3Mg = 2Sb\downarrow + 3Mg^{2+} + 12Cl^-.$$

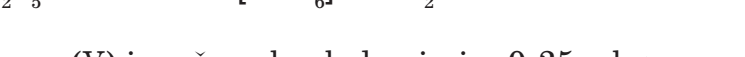
***Tejribäni geçirmek:*** 5-6 damja sürme (V) duzunyň ergininden probirka salmaly. Üstüne 2-3 damja konsentrirlenen HCl-dan goşmaly. Soňra birnäçe bölejik Mg (ýa-da demir çüýjagaz) atmaly we gyzdyrmaly. Şonda gara köpürjik görnüşli çökündi – sürme metaly çökýär.

**4.** ***Kükürtwodorod*** ýa-da aşgar metallaryň sulfidleri

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

$$2[SbCl_6]^- + 5H_2S = \downarrow Sb_2S_5 + 10H^+ + 12Cl^-.$$

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

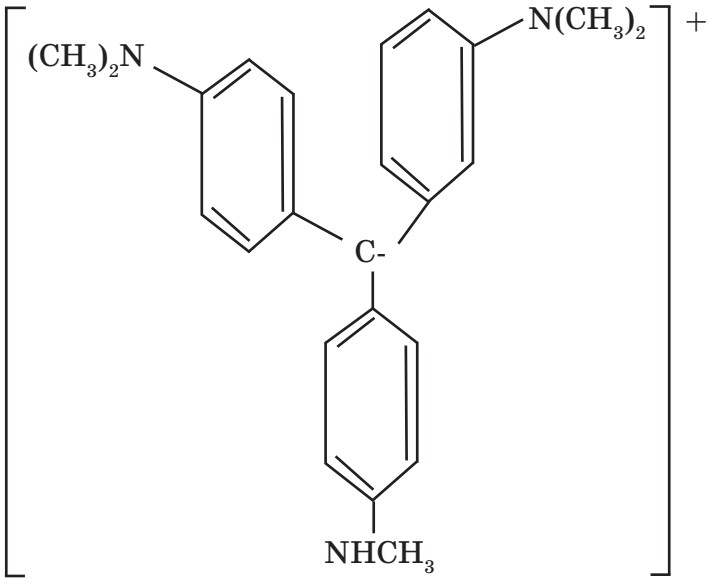


$$Sb_2S_5 + 12HCl = 2[SbCl_6]^{3-} + H_2S + 2S + 4H^+$$

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 gelşine syn etmeli.

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




Sürmäniň 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 däldir.

***Tejribäniň geçirilişi:*** Sb(III) duzunyň ergininden bir damja almaly, oňa iki damja konsentrirlenen HCl ergininden goşmaly. Üç walentli sürmäni bäş walentli sürmä çenli okislendirmek üçin 1-2 damja $KNO_3$-iň ergininden goşmaly we 1 minut çaýkamaly. Soňra kaliý nitratynyň artykmaç mukdaryny dargatmak üçin damjadan moçewinanyň ergininі goşmaly. Moçewina köpürjikleme gutaryança goşulýar. 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 getirmeýänligi sebäpli, ony kaliý nitritiniň kömegi bilen sürme (V) iona çenli okislendirýärler. Sürme (V) ionyň açylmak derejesi – 10 mkg. Fe(III), Hg(II), Bi(III),

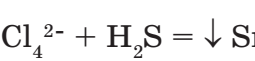
W(VI) ionlary sürme (V) ionyň açylmagyna päsgel beryärler, sebäbi bularyň hlorly kompleksleri rodamin C bilen meňzeş birleşmeleri emele getirýär.

***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 HCI 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. çaýkamaly. Sürmäniň organiki bölegi gyzyl-syýa reňke reňklenýär. Deňeşdirmek üçin geçirilen probirkadaky tejribe (boş tejribe) bolsa benzol gatlagyny açyk-gyzylymtyl reňke öwürýär.

## Galaýy ionlarynyň täsirleşmeleri
## (Galaýy duzlarynyň suwdaky erginleri reňksizdirler)

### Galaýy (II) ionynyň täsirleşmeleri

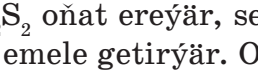
1. ***Kükürtwodorod güýçli kislota*** gurşawynda (2M HCI) galaýy (II) iony bilen goýy goňur reňkli çökündini emele getirýär:



$$SnCl_4^{2-} + H_2S = \downarrow SnS + 4Cl^- + 2H^+.$$

Galaýy (II) ionyň açylmak derejesi –1,5 mkg. V toparyň başga sulfidlerinden tapawutlanyp, SnS esas häsiýete eýedir we $Na_2S$-de eremeýär. Emma ol ammoniý polisulfidinde $(NH_4)_2S_2$ oňat ereýär, sebäbi SnS polisulfid bilen okislenip, $SnS_2$ - emele getirýär. Ol hem eräp, tioduzy emele getirýär:

$$SnS + S_2^{2-} = SnS_2 + S^{2-}$$



$$SnS_2 + S_2^{2-} = SnSn_3^{2-} + S$$

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi***: 2-3 damja galaýy (II) ionyny saklaýan erginiň üstüne 2-3 damja 2 M HCI erginini 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 gurşawa çenli 2 M HCI erginini goşýarlar. Altyn ýaly sary reňkli $SnS_2$ çökündisi çökýär.

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

$$2Hg_2Cl_2 + [SnCl_4]^{2-} = \downarrow Hg_2Cl_2 + [SnCl6]^{2-}.$$

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

$$Hg_2Cl_2 + SnCl_2 = 2Hg + SnCl_4.$$

Galaýynyň açylmak derejesi – 12,5 mkg.

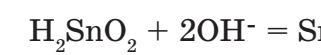
***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi:*** 2-3 damja duz kislotasynyň ergininde saklanýan galaýy (II) ionyna, bir damja simap (II) nitratynyň erginini goşmaly. Ak atlaz ýaly çökündi ($Hg_2Cl_2$) emele gelýar we durdugyça ýuwaş-ýuwaşdan garalýar.

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

$$Sn^{2+} + 2OH^- = \downarrow Sn(OH)_2 \text{ (ýa-da } H_2SnO_2).$$

Çökündi kislotalarda we aşgarda ereýär (barlap görüň).

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

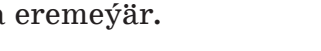


$$H_2SnO_2 + 2OH^- = SnO_2^{2-} + 2H_2O$$

Galaýy (II) iony ammiak ergini bilen hem $Sn(OH)_2$ çökündisini emele getirýär. Çökündi 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 öwrüp bolýar. Magniý we alýuminiý metallary erginde kislota ýetmezçilik eden wagtynda galaýynyň (IV) ionyny tä metal görnüşine öwürýärler:



$$Fe + [SnCl_6]^{2-} = Fe^{2+} + Sn^{2+} + 6Cl^-$$

$$Mg + [SnCl_6]^{2-} = Mg^{2+} + Sn + 6Cl^-\cdot$$

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

$$Sn + 2H^+ = Sn^{2+} + H_2\uparrow.$$

***Täsirleşmäniň ýerine ýetirilişi***: Duz kislota gurşawynda galaýy (IV) ionynyň 2-3 damja erginine, bir damja goýy duz kislotasyny, demir gyryndysyny goşýarlar we düwmejikler emele gelýänçä gyzdyrýarlar. Soň ergini başga probirka guýýarlar we 2 damja simabyň (II) duzunyň erginini goşmaly, çökündi emele gelýär. Diýmek, emele gelen galaýy (II) iony duz kislotasynyň gurşawynda Hg (II) iony Hg (I) iona çenli 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 kobaltyň goýulygy demriň (II) ionynyň goýulygyndan köp bolsa, onda ol galaýynyň açylmagyna päsgel beryär, sebäbi aşgar gurşawda kobalt dimetilglioksim bilen birleşýär. Eger-de demriň (II) ionynyň goýulygy kobaltyň 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 öwrülýär 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 gyzyl reňke boýalýar.

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

$$SnCl_6^{2-} + 2Cs^+ = \downarrow Cs_2SnCl_6$$

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 $(NH_4)_2[SnCl_6]$ kristallary $Rb_2[SnCl_6]$ kristallary bilen deňeşdirilende dogry formada bolup, möçberleri boýunça uludyrlar. Galaýynyň açylmagynyň ýokary derejesi – 2,5 mkg. Bu täsirleşme galaýyny açmak üçin saýlaýjy täsirleşmedir. Başga hemme ionlar täsirleşmäni geçirmäge päsgel bermeýärler. Şunuň ýaly-da titan, wanadiý, molibden we wolfram ionlary hem päsgel bermeýärler. Ýöne diňe hlorid iony bilen çökündi 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 çökündi emele gelýär. Emele gelen uşak oktaedrik şekilli kristallara mikroskop astynda seretmeli. Ulurak kristallar, esasan hem çökündiniň gyralarynda emele gelýär.

## 7.7 IV–V toparyň kationlarynyň garyşygynyň analizi

IV-V toparyň ionlarynyň garyşygynyň yzygiderli analizlemegiň gidişiniň 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 garyşygynyň analizini geçirmekligiň çyzgysy birnäçe kitaplarda bu toparçany aýratyn V topar diýip hem düşündirýärler (4-nji tablisa serediň). V topary IV toparyň bir toparçasy, ýagny myşýak toparçasy diýip aýdýlýar. Olaryň sulfidleri $Na_2S$-de eräp tioduzlary emele getirýärler. Şeýle iki hilli bölmeklikde hem analiz geçirilende hiç hili kynçylyk emele gelmän, analiziň geçiriliş usuly birmeňzeşdir.

*9-njy tablisa*

**IV-V toparyň birnäçe ionlarynyň garyşygynyň analiziniň gidişiniň çyzgysy**

<table>
<tr><td colspan="3">IV toparyň birinji toparçasynyň (kümşüň toparçasy) kationlaryny öňünden barlamak üçin erginden alyp, üstüne duz kislotasyny guýýarlar.<br>Kümşüň toparçasyny misiň toparçasyndan we V toparyň ionlaryndan duz kislotasyny goşmak bilen bölüp aýyrmak.</td></tr>
<tr><td rowspan="2">Çökündi:<br>$AgCl$, $Hg_2Cl_2$ we $PbCl_2$</td><td colspan="2">Sentrifugat (ergin): misiň toparçasy we V toparynyň ionlary. Misiň toparçasynyň we V toparynyň ionlaryny sulfidler görnüşinde kükürtwodorod bilen kislota gurşawynda gyzdyryp çökdürmek.</td></tr>
<tr><td rowspan="2">Analiz tablisanyň yzynda berlen shema boýunça geçirilýär.</td><td>Çökündi: mis toparçasynyň kationlarynyň we V toparyň ionlarynyň sulfidleri, IV toparyň mis toparçasynyň kationlaryny V toparyň ionlaryndan $Na_2S$-iň kömegi bilen bölüp aýyrmak.</td><td>Sentrifugat analiz edilmeýär.</td></tr>
<tr><td>Çökündi:<br>$CuS$ $KNO_3$<br>Artykmaç<br>$NH_4OH$</td><td colspan="2">Sentrifugat: tioduzlar ýa-da sulfoduzlar we başgalar.<br>Konsentrirlenen uksus kislotasy bilen gyzdyryp tioduzlary dargatmak.</td></tr>
</table>

| | | |
|---|---|---|
| Täsir etmek bilen $Cu^{2+}$ ionyny açmak | Çökündi: $As_2S_3$, çökündini goýy $HNO_3$-de eretmek. Molibden suwuklygyny täsir etmek bilen myşýagy 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 HCI täsir etmek bilen mis toparçasyndan bölüp aýyrmak. | | |
| Çökündini azajyk duz kislotasy goşulan suw bilen ýuwmak | | |
| Sentrifugat: analiz geçirilmeýär | Çökündi: AgCl, $Hg_2Cl_2$ we $PbCl_2$ çökündini distillirlenen suw bilen gyzdyrmak. 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. | Çökündi: AgCl we $Hg_2Cl_2$ $Hg_2^{2+}$ ionyny açmak üçin ergine 3N $NH_4OH$ täsir etmeli, (simabyň bölünip çykmagyna görä çökündä garalýar). Çökündini erginden bölüp aýyrmak. | |
| | Çökündi: $[HgNH_2]Cl + Hg$ analiz edilmeýär | Sentrifugat: (ergin): $[Ag(NH_3)_2]^+$ we artykmaç $NH_4OH$ $Ag^+$ ionyny açmak üçin HCl-y $Ag^+$ ionyna täsir etmeli (ak AgCl çökýär). |

## 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:

$$X = a * F$$

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

$$X=a \cdot F \cdot Vk/Vp$$

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:

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

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 meselä seredip geçeliň.

Himiki taýdan arassa bolan düzüminde iki molekula suw saklaýan bariý hloridiniň $BaCl_2 . 2H_2O$ düzümindäki barini kesgitlemeli.

Arassa $BaCl_2 . 2H_2O$ 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 ($Mr_{(BaSO_4)}$ = 233,40) düzüminde näçe g bariniň ($Ar_{Ba}$ = 137,40) bardygy kesgitlenilýär.

Amalyýetden belli bolşy ýaly, erginde çökdürilýän ionlaryň konsentrasiýasy 10-6 g-ion/$dm^3$-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 köpelýär ýa-da ereýjiniň kompleks duzlary, turşy duzlary emele gelýär ýa-da çökdürilýän maddanyň amfoter häsiýeti (gidroksidlerde) ýüze çykýar we ş.m.

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

## 8.2 Çökündiniň emele gelmeginde goşmaça täsirleşmeler

Çökündi çökdürilende ergini gerekli ýagdaýa çenli gowşatmasaň – ýuwanlaşdyrmasaň erginde doly däl dissosiasiýa esasynda başga ionlaryň emele gelmegi sebäpli goşmaça täsirleşmäniň geçmegi mümkin. Meselem, $BaSO_4$ çökündisi çökdürilende ergini gerekli ýagdaýa çenli owşatmasaň (ýuwanlaşdyrmasaň) doly däl dissosiasiýanyň netijesinde $BaCl^+$ iony emele gelýär. $BaCl^+$ iony sulfat iony bilen birleşip çökündide $(BaCl)_2SO_4$ birleşmesini bermegi mümkin. Bu emele gelen duzuň molekulýar massasynyň agramy $BaSO_4$-üň molekulýar massasyndan üýtgeşikdir. Şoňa görä-de, bu duzuň emele gelmegi hasaplama ýalňyşlyk girizýär.

**Nusgada saklanýan magnininiň mukdaryny kesgitlemek.**

$$Mg^{2+} + (NH_4)_2HPO_4 + NH_3 + 6H_2O \rightarrow MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O + 2NH_4^+$$

$MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ – magniý pirofosfatynyň çekim formasydyr.

$$2MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O \xrightarrow{t} Mg_2P_2O_7 + NH_3\uparrow + 7H_2O$$

$Mg(OH)_2$-niň emele gelmeginiň we $MgNH_4PO_4$ birleşmäniň çökmeginiň öňüni almak üçin ammoniý duzlaryny girizýärler. Ýöne olaryň köp mukdarynyň düşmezligine gözegçilik etmelidir, sebäbi ol $Mg(NH_4)_4(PO_4)_2$ düzümli çökündiniň çökmekligine eltýär. Çökündi bolsa köýdürilenden soň $Mg_2P_2O_7$ birleşmeden başga-da $P_2O_{5-i}$ emele gelýär.

$$Mg(NH_4)_4(PO_4)_2 \xrightarrow{t} Mg(PO_3)_2 + 4NH_3\uparrow + 2H_2O\uparrow$$

$$2Mg(PO_3)_2 \xrightarrow{t} Mg_2P_2O_7 + P_2O_5.$$

$MgNH_4PO_4$ çökündisi suw bilen ýuwulanda az mukdarda gidrolize sezewar bolýar:

$$MgNH_4PO_4 + H_2O \longrightarrow MgHPO_4 + NH_4OH.$$

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 gyzyl indikatordan 2 damja, ammoniý gidrofosfatynyň 10%-li ergininden 50 ml goşulýar. Soňra indikatoryň reňki sary reňke geçýänçä haýallyk bilen konsentrirlenen ammiak ergininden 1 damjadan 5 ml goşulýar we indiki sapaga çenli iş stolunyň üstünde goýulýar.

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

Soňra seresaplylyk bilen 1000-1100 0C-da hemişelik agrama çenli mufel peçde köýdürilýär. Çöküdini 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. Ammoniý hloridiniň we ammoniý gidroksidiniň gatnaşmagynda magniý hloridi täsir etdirilýär:

$$Na_2HPO_4 + MgCl_2 + NH_4OH \rightarrow MgNH_4PO_4\downarrow + 2NaCl + H_2O$$

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

$$2MgNH_4PO_4 \xrightarrow[\text{köýdürmek}]{} Mg_2P_2O_7 + 2NH_3\uparrow + H_2O$$

Magnezial garyşygyny $PO_4^{3-}$ anionyny çökdürmek üçin ulanylýar. Ol taýýarlanylan düzüminde 6 molekula suw saklaýan magniý hloridinden – $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 50 gr we ammoniý hloridinden 100 gr 1 litrlik göwrümi belli kolba salynýar, distilirlenen suwda eredilýär we duz kislotasy arkaly turşadylan suw bilen erginiň göwrümini kolbanyň belligine çenli ýetirmeli.

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

gini çökdürilmegiň 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 ergini ň hemme göwrüminiň 1/5 bölegine ýakyn göwrümde) goşulýar. 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 bölekleýin (dekantasiýa) usulynda ýuwulýar. Ýuwmaklyk hlor Cl-ionyndan doly arassalanýança dowam edilýär. Ol kümüş nıtratynyň ýuwundy erginine täsiri netijesinde kesgıtlenilyär. Içi çökündili süzgüç kagyzly guýgujy (woronkany) guradyjy peçde çalygýança guradylýar. Soňra süzgüç kagyzyny kömürledilýär we peçde çökündı çökdürilýär.

Magniý ýa-da fosfat iony $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ görnüşinde çökdürilýär. $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ ýakylanda mukdar tarapyndan pirofosfata öwrülýär:

$$2MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O \xrightarrow{t} 2NH_3 + 7H_2O + Mg_2P_2O_7.$$

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 gatlaga $Cl^-$ ionlary sorulman $NO_3$-ionlary sorulardylar, sebäbi $Ba(NO_3)_2$ duzunyň $BaCl_2$ duzuna garanyňda ereýjiligi azdyr.

Meselem, eger-de $Al^{3+}$ ionyny $Co^{2+}$ ionynyň barlygynda $NH_4OH$ ergini bilen çökdürsek, onda $Al^{3+}$ iony $Al(OH)_3$ çökündisi görnüşinde çöker, emma $Co^{2+}$ iony bolsa oňat ereýän kompleks birleşmäni ($[Co(NH_3)_6]$ $(OH)_2$) emele getirip erginde galýar. $Al(OH)_3$ çökündiniň oňat adsorbir-

lemek (sorujylyk) häsiýeti bardyr. Şonuň üçin ol ergindäki $Co^{2+}$ ionlarynyň birnäçesini özüne bırleşdırýär. Onuň şeýledigini $Al(OH)_3$ çökündisiniň gyzyl gül renke öwrülmegi şaýatlyk edýär. Çökündini ýuwmak bilen $Co^{2+}$ ionyndan arassalap bolmaýar. Çökündi ýuwlup ýakylandan soň gök reňkli, düzümi $xCoO * yAl_2O_3$ düzümi bolan çökündi berýär. Biziň bilşimiz ýaly, CoO ýaşyl reňkli, $Al_2O_3$ bolsa reňksiz diýen ýalydyr.

Şu mysalda $Al(OH)_3$ 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 $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ kompleks iony galýar.

Erginde $Al^{3+}$ kesgitlenende $Co^{2+}$ we $Ni^{2+}$ ionlary bilelikde bolsalar, onda artykmaç NH4OH guýlanda, olar $[Co(NH_3)_6]^{2+}$, $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ kompleks ionlary görnüşinde erginde galýarlar.

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

$$2KMnO_4 + 5Na_2SO_3 + 3H_2SO_4 =$$
$$= 2MnSO_4 + K_2SO_4 + 5Na_2SO_4 + 3H_2O$$

ion görnüşinde

$$2MnO_4^- + 8H^+ + 5e = Mn^{2+} + 4H_2O$$
$$5SO_3^{2-} + H_2O - 2e = SO_4^{2-} + 2H^+$$
$$2MnO_4^- + 5SO_3^{2-} + 6H^+ = 2Mn^{2+} + 5SO_4^{2-} + 3H_2O$$

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 $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ bilen degişli syýa reňkli hrom – kaliý zägini $KCr(SO_4)_2 * 12H_2O$ eretsek we olary kristallaşmaga goýsak, alýuminiý-kaliý we hrom-kaliý kristallarynyň garyşygy emele gelýär. Erginde $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$-niň konsentrasıýasy köpeldilse onuň reňki şonça goýulaşýar. Şonuň ýaly-da $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$-niň goýulygyny köpeltmek bilen ergini reňksizlendirmek bolýar. Şeýlelik-de bularyň goýulyklaryny durnuksyz üýtgetmek bilen aýry-aýrylykda $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ we $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 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 formaly 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 çalşyp bilýärler. Meselem, $Ra^{2+}$ ionyň radiýusy (1,52A0) (1angstrem $10^{-8}$ sm-e deňdir) $Ba^{2+}$ ionyň radiusyna (1,43 A0) 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 Garyşyk kristallaryň emele gelmegi bilen bagly bolan ýalňyşlyklary ýok etmegiň ýollary

Garyşyk kristallaryň emele gelmegi grawimetrik çeküw usulda esasy ýalňyşlyklaryň bir çeşmesidir. Şonuň üçin analitik hünärmen analiziň netijesinde garyşyk kristallarynyň emele gelmeginiň täsirini azaldar ýaly ýollary tapmalydyr we ulanmalydyr. Çöküdiniň emele gelmegi soosaždeniýa hadysasy bilen baglanyşykly bolup geçýär. Erginden esasy çöküdi bilen birlikde erginde erän garyndylaryň bilelikde çökmegine soosaždeniýe diýilýär.

Soosaždeniýäniň adsorbsiýa görnüşiniň netijesinde emele gelen garyndyny çöküdiniň üstünden aýyrmak üçin analiziň degişli usulyny saýlap alýarlar we çöküdini ýuwmak usuly bilen arassalaýarlar.

Käwagtlarda bir iony başga ion bilen çalşyryp 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 gowşak adsorbirlenýär. Şonuň ýaly çöküşmeleri birnäçe adsorbsiýalaşan ionlary berk kompleks birleşmelere öwürmek bılen hem azaldýarlar.

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

Okklýuziýa arkaly hapalanan çöküdileriň hapalaryny

azaltmak üçin erginleri guýmaklygyň düzgünine we çökdürijini guýmaklygyň çaltlygyna 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 grawımetrıkı çeküw usuly boýunça kesgitlenende olaryň çökdürilýän we çekilýän formalary birmeňzeşdir. Meselem:

1. $SO_4^{2-} \xrightarrow[\text{çökdüriji}]{Ba^{2+}} BaSO_4 \xrightarrow{t} BaSO_4$

kesgitlenýän madda — çökdürilýän forma — çekilýän forma

2. $2Fe^{2+} \xrightarrow[\text{çökdüriji}]{6(OH)^-} Fe(OH)_3 \xrightarrow[-3H_2O^-]{t} Fe_2O_3$

kesgitlenýän madda — çökdürilýän forma — çekilýän forma

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 şonça-da adsorbsiýa hadysasy azalýar. Hapa çökündileri okklýuziýadan arassalamak üçin täzeden ikinji gezek çökdürmek usulyny ulanýarlar, ýagny çökündini süzgüç kagyzyndan süzýärler, ýuwýarlar, eredýärler we täzeden çökdürýärler. Şeýle edilende hapa garyşyklaryň konsentrasiýalary azalýar we emele gelen çökündi ýeterlik çekim ýagdaýda arassa halynda bolýar. Grawimetrik analizinde inklýuziýa (izomorfizm) esasynda emele gelýän ýalňyşlyklar

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 özleriniň düzüminde az küli saklaýarlar. Olaryň agramy süzgüç kagyzynyň toplumynyň daşyna oralan lentada görkezilendir. Olar ýananda az kül galdyrýarlar. Eger süzgüç kagyzynda görkezilen külüň agramy 0,0002 gramdan köp bolsa, onda onuň agramyny çökündiniň agramyndan aýyrmalydyr. Külsüz süzgüç kagyzlarynyň dykyzlygy dürli dürülüdir. 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. Amorf çökündileri [meselem, $Fe(OH)_3$, $Al(OH)_3$] we metallaryň sulfidlerini süzmek üçin ulanylýar. |

| | | |
|---|---|---|
| Ak | 3,5 | Haýal süzýär. Uly kristally çökündileri [meselem, Ca-C2O$_4$* H$_2$O] we kremniý kislotasyny H$_2$SiO$_3$ süzmekde ulanylýar. |
| Gök | 1 – 2,5 | Haýal süzýär. Kiçi kristally şekilli çökündileri [meselem, BaSO$_4$, MgNH$_4$PO$_4$ * 6H$_2$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 göwrümine 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 kagyzy taýýarlanyp guýgucda 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 çüýşeden 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.

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

## 8.4 Çökündini ýuwmak

Çökündini ýuwmaklygyň maksady çökündiniň üstüne sorulan hapa garyşyklardan we çökündä siňen erginlerden arassalamakdyr. Adsorbirlenen garyşyklar ergindäki ionlar bilen deňagramlylykda bolýarlar. Şoňa görä-de ýuwlanda bu ergin arassa suw bilen ýa-da haýsy hem bolsa bir ýuwujy ergin bilen çalşylýar. Şeýlelikde desorbsiýa hadysasy adsorbsiýa hadysasyndan artykmaç bolmalydyr. Netijede çökündi ýuwulanda ýuwaş-ýuwaşdan 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 saylap almak üçin, esasan, dört ýagdaýy göz öňünde tutmalydyr.

**1. Çökündini çökdürijiniň ergini bilen ýuwmak**

Bu ýagdaýda çökündini çökdurijiniň gowşak ergini bilen ýuwýarlar. Ýuwýan 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 $(NH_4)_2C_2O_4$ bilen çökdürilýär we 0,1%-li $(NH_4)_2C_2O_4$ 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 öňüni almak üçin çökündi arassa suw bilen ýuwulman, haýsy hem bolsa bir elektrolitiň gowşak 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, $Fe(OH)_3$, $Al(OH)_3$ 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. Şonuň üçin şunuň ýaly gidrolizleşýän çökündiler gidroliz hadysasyny togtadyp bilýän erginler bilen ýuwulýar. Meselem, $MgNH_4PO_4 * 6\ H_2O$ duzuny üstüne 10%-li $MgHPO_4$ duzunyň üstüne + $NH_4OH$ ergini goşulyp alynýar.

Alnan $MgNH_4PO_4 . 6H_2O$ çökündisi suw bilen ýuwulanda gidroliz hadysasy şeýle geçýär:

$$MgNH_4PO_4 . H_2O \rightleftarrows MgHPO_4 + NH_4OH.$$

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 çepe tarap, ýagny gidroliziň derejesiniň azalýan tarapyna süýsýär 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 köpelýän 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 ýuwýarlar.

Çökündini ýuwmaklyk ilki dekantasiýa usuly bilen geçirilýär, soň süzgüç kagyzynda ýüwulýar. Çökündini ýuwmaklyk ýuwýan ionymyz tä çökündiniň düzüminden aýrylýança, ýagny ýuwýan 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 ýuwulýar.

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

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

Şeýlelikde, dekentasiýany bir näçe gezek gaýtalamaly we soňundan hemme çökündini suwuklyk bilen birlikde süzgüç kagyzyna ýitgisiz geçirmeli.Stakanyň gyralarynda we çüýşe taýajygynyň üstünde çokündi galmaly däldir. Olary ýuwujy suwuklyklaryň ýa-da süzgüç kagyzynyň kömegi bilen süzgüç kagyza doly geçirmelidir. Şundan soň çökündini ýuwmagy süzgüç kagyzynda ýuwýan 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 şkafda 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. Ýäkmaklyk çökündilere howanyň barmagyny oňat üpjün edýär.

Pes tigelleriň 6 görnüşi bardyr. Olar özleriniň ölçegleri we göwrümleri bilen tapawutlanýärlar. Köplenç, $BaSO_4$, $Mg_2P_2O_7$ ýaly çökündileri ýakmak üçin 2 we 3 sbelgili tigel ulanylýar. Göwrümi uly bolan çökündileri $SiO_2$ * $H_2O$, $Fe(OH)_3$, $Al(OH)_3$ ýakmak üçin 4 göweji ulanýarlar.

Farfor göweçleri mufel pejinde 600-1200°C temperaturada 30 – 40 min dowamynda ýakmak bolar. Göweji ýanmadyk çökündili süzgüç kagyzy bilen mufel pejinde ýakmazdan öň onuň süzgüç kagyzyny 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 çüýşe gap) saklaýarlar.

Düzüminde iki molekula suwy saklaýan barlý hloridiniň – $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ düzümindäki Ba kesgitlenilende, ol $BaSO_4$ kristaly görnüşinde çökdürilýär. Onda:

**1-nji usul:** 1) alnan $BaSO_4$ çöküdisiniň (Mr=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 $BaCl_2 \cdot 2H_2O$-dan alynýar.

0,5gr $BaSO_4$ ——— x gr $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ saklanýar

X= 0,5 · 244,31/233,43 = 0,52 gr

Şular ýaly hasaplamalar has takyklygy talap etmeýär. $BaCl_2 \cdot 2H_2O$-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

$$BaCl_2 \cdot 2H_2O + H_2SO_4 \rightarrow BaSO_4\downarrow + 2HCl + 2H_2O$$

onda, 244,31gr $BaCl_2 \cdot 2H_2O$, üçin 98,06gr $H_2SO_4$ harçlanar.

0,5234gr $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ bolsa – X gr $H_2SO_4$ gerek bolar:

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

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

98,06gr $H_2SO_4$ 1000ml erginde saklanýar

0,2101gr $H_2SO_4$ X ml erginde saklanýar

X= 0,2101 · 1000/98,06 = 2 ml.

Görnüşi ýaly 0,5234gr bariý hloridiniň – $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ çekim nusgasyndan barini çökdürmek üçin 2n kükürt kislotasynyň ergininden takmynan 2 ml gerek bolar. Bilşimiz ýaly suwda düýbünden eremeýän madda ýok. Çöküdiniň az ereýjiligine garamazdan, biz hemişe onuň doly çökdürilmezligi sebäpli maddanyň ýitgisini göreris.

2) bariniň mukdaryny göterim hasabynda kesgitleýäris.

Berlen 0,4872 gr $BaCl_2$ * $2H_2O$ - - - 100% diýip hasaplaýarys.

Alnan 0,2733 gr · 100 / 0,4872 = 56,09%

Diýmek $BaCl_2$ * $2H_2O$ özüniň düzüminde 56,09% bariý saklaýar.

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

$F= Ar_{Ba}/M_{Ba}SO_4 = 137,40/233,440 = 0,5887$

2) bariniň mukdaryny göterim hasaby bilen şu formula boýunça kesgitleýäris:

% Ba = a * F / m 100 = 0,4644. 0,5887 / 0,4872 100 = = 56,09%

ýa-da

**3-nji usul bilen hem işlemek bolar**

$\%_{Ba}$ = a * A * 100/m * M = 0,4644 · 137,40 · 100/0,4872 · 233,40= 56,09%

Çöküdiniň 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 çykarylmaly däldir.

**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 (CaO + NaOH) bilen doldurýarlar. Sorujy turbanyň massasynyň agralmagy esasynda $CO_2$-niň mukdaryny kesgitleýärler:

$$CaCO_3 + 2HCl = CaCl_2 + H_2CO_3$$

ýa-da

$$CaCO_3 + 2H^+ = Ca^{2+} + CO_2 + H_2O$$

Bölünip çykýan $CO_2$-ä degişli sorujy bilen sorulýar:

$$CO_2 + 2NaOH = Na_2CO_3 + H_2O.$$

Sorujy turbanyň täsirleşmeden öňki we soňky agramynyň tapawudynyň esasynda $CO_2$-niň mukdary kesgitlenilýär.

Şu 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 hloridiniň $BaCl_2 * 2H_2O$ düzümindäki kristallaşan suwy kesgitlemekde

$$BaCl_2 * 2H_2O \xrightarrow{t} BaCl_2 + 2H_2O$$

ýa-da

$$CaCO_3 \xrightarrow{t} CaO + CO_2 \uparrow$$

$CaCO_3$-üň dargadylmagyny $CO_2$ bölünip çykar ýaly ýörüte abzalda geçirýärler. Täsirleşmeden öň we soň abzalyň agramyny çekýärler we $CO_2$-niň näçe mukdarda bölünip çykandygyny kesgitleýärler.

Grawimetrik analiziň aýlowly usuly bilen materiallaryň çyglylygyny, 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 kesgitlenilýär. Splawyň belli bir mukdaryny «Patyşa 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 çykarýarlar. Şonuň ýaly gaýtaryjylar bolup $H_2O_2$, $C_2H_5OH$ hyzmat edýär.

Bölünip çykan altyny süzýärler we HCl-nyň gowşak ergini bilen ýuwýarlar. Soň altyny süzgüç kagyzy bilen bilelikde hakyky agramy belli bolan farfor tigelinde guradýarlar, ýakýarlar, hapa we uçujy maddalardan arassalaýarlar. Eksikatorda sowadylandan soň analitiki terezide çekýärler.

Misi kesgitlemek üçin altyn aýrylandan soň galan ergini̇ň üstüne ýuwulan suwy hem goşýarlar. Misi aýratynlykda bölüp çykarmak we onuň mukdaryny kesgitlemek üçin elektrograwimetrik usulyýet analizini ulanmak bolýar. Onuň üçin degişli şertlerde ergini̇ň üstünden hemişelik tok göýberýärler. Elektroliz netijesinde katodyň üstüne mis metaly sada halynda 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 esasylaryna seredip geçeliň:

1. Himiki usulýň esasynda grawimetrik bölüp aýyrmaklyga mysallar.

a) pH gurşawy 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 gurşawlary bilen baglydyr.

Demri magniden bölüp aýyrmaklyk ergini̇ň pH gurşawyny kadalaşdyryp (pH~5-de), demri ammiak bilen çökdürmeklikdir. Şu ýagdaýda demir mukdar taýdan demriň gidroksidi görnüşinde çökündi bolup çökýär, magniý bolsa erginde galýar:

$$Fe^{3+} + 3NH_3 + 3H_2O = Fe(OH)_3 + 3NH_4^+ .$$

Emele gelen gyzylymtyl - çal reňkli, amorf halyndaky çökündi – demriň gidroksidiniň örän kiçi EKH ululykda çökýän formasydyr. Ýagny:

$$EKH_{Fe(OH)_3}[F^{3+}e] \cdot [OH^-]^3 = 3,2 \cdot 10^{-38}$$

Ýakylanda çökýän formanyň ($Fe(OH)_3$) himiki düzümi üýtgeýär we grawimetrik formasy $Fe_2O_3$ emele gelýär.

$$2Fe(OH)_3 \xrightarrow{t^\circ} Fe_2O_3 + 3H_2O$$

Mukdar taýdan demri we magnini gidroksid görnüşinde bölmeklik analiz deňagramlylyk sistemasyny ergin-çöküňdi görnüşinde kesgitlemekden ybaratdyr. Bu sistemalar özleriniň ereýjiliklerініň köpeltmek hasylynyň (EKH) ululygy bilen tapawutlanýarlar:

$$Fe(OH)_3 \rightleftarrows Fe^{3+} + 3OH^-$$

$$EKH = [Fe^{3+}] \cdot [OH^-]^3 = 3{,}2 \cdot 10\text{-}38$$

$$Mg(OH)_2 \rightleftarrows Mg^{2+} + 2OH^-$$

$$EKH = [Mg^{2+}] \cdot [OH^-]^2 = 1{,}8 \cdot 10\text{-}11.$$

Demir ionynyň haýsy pH ululygynda mukdar taýdan $Fe(OH)_3$ görnüşinde çökjekdigini hasaplamaly, ýagny haýsy pH-da $Fe^{3+}$ ionynyň konsentrasiýalarynyň çökündiniň üstündäki erginde demir ionynyň molýar konsentrasiýasynyň $[Fe^{3+}] = 10^{-6}$ g-ion/dm$^3$-a deň boljakdygyny kesgitlemeli.

Onuň üçin $EKH_{Fe(OH)_3} = [Fe^{3+}] \cdot [OH^-]^3 = 3{,}2 \cdot 10^{-38}$ ululygyndan $[OH^-]$ ululygy tapylýar:

$$[OH^-] = \sqrt{EKH_{Fe(OH)_3} / [Fe^{3+}]} = \sqrt{3{,}2 \cdot 10^{-38} / 10^{-6}} = 3{,}3 \cdot 10^{-11}$$

$[OH^-]$ ululygy tapylandan soň pOH-yň bahasy tapylýar:

$$pOH = -\lg [OH] = -\lg 3{,}3 * 10^{-11} = -(-11 + \lg 3{,}3) = 10{,}48$$

pOH tapylandan soň pH ululygyň bahasy tapylýar:

$$pH = 14 - pOH = 14\text{-}10{,}48 = 3{,}52$$

Ionlary pH-yň şu ululygynda çökdürmek mümkinçiliginiň bardygyny kesgitleýäris. Onuň üçin ergindäki ionlaryň konsentrasiýasynyň köpeltmek hasylynyň (EKH) ululygyny, onuň $Mg(OH)_2$-niň ereýjiliginiň köpeltmek hasylynyň (EKH) ululygy bilen deňeşdirýäris. Analiz üçin alnan erginde $[Mg^{2+}] = 0,1$ g-ion/dm³ diýip hasap laýarys.

$$EKH = [Mg^{2+}] \cdot [OH^-]^2 = 0,1 \cdot (3,3 \cdot 10\text{-}11)^2 = 9,10\text{-}23$$

$$EKH = 9,10^{-23}, < EKH_{Mg(OH)_2} = 1,8 \cdot 10^{-11}.$$

Şu deňlemelerden görnüşi ýaly ionlaryň konsentrasiýalarynyň köpeltmek hasyly (EKH) ereýjiliginiň köpeltmek hasylyndan (EKH) azdyr. Şoňa görä-de şu görkezilen ýagdaýda, ýagny pH-da $Mg(OH)_2$ çöküdisi çökmez.

Analiz üçin alnan 0,1g-ion/dm³ magniý duzunyň ergininden haýsy pH-da magnininiň gidroksidiniň $Mg(OH)_2$ çöküjiligini hasaplamaly.

$$EKH_{Mg(OH)_2} = [Mg^{2+}] \cdot [OH^-]^2 = 1,8 \cdot 10^{-11}$$

Maglumatlaryň esasanda gidroksid ionynyň konsentrasiýasyny $[OH^-]$-y kesgitleýäris:

$$[OH^-] = \sqrt{EKH_{Mg(OH)_2} / [Mg^{2+}]} = \sqrt{1,8 \cdot 10^{-11}/0,1} = 1,3 \cdot 10^{-5}$$

g-ion /dm³

$$pOH = -\lg[OH^-] = -\lg 1,3 \cdot 10^{-5} = 4,89$$

$$pH = 14 - 4,89 = 9,11$$

Şu geçirilen hasaplamalar esasynda şeýle netije çykarmak bolar. pH 4-9-a çenli aralykda $Fe^{3+}$ ionlary mukdar taýdan $Fe(OH)_3$ görnüşinde çökýär.

Diýmek, şu mysaldan görnüşi ýaly pH-y sazlamak bilen ionlary biri-birinden aýyrmak we gidroksidler görnüşinde çökdürmek bolar. Erginde pH gurşawy 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 $(NH_4)_2C_2O_4$ guýýarys. $Ca^{2+}$ iony $CaC_2O_4$ görnüşinde doly çökýär. Ammoniý oksalaty $Mg^{2+}$ iony bilen ereýji $[Mg(C_2O_4)_2]^{2-}$ kompleks birleşmesini emele getirýär.

$$Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} = CaC_2O_4$$

Emele gelen ak kristal şekilli $CaC_2O_4$ çöküdiniň (çökdürilýän formasy) ýeterlikli kiçi bahaly EKH-sy bardyr:

$$EKH = [Ca^{2+}] \cdot [C_2O_4^{2-}] = 2{,}3 \cdot 10^{-9}.$$

Barlanylýan erginde saklanýan $Mg^{2+}$ ionlary hem şunuň ýaly çöküdi emele getirip biler:

$$Mg^{2+} + C_2O_4^{2-} = MgC_2O_4$$

$$EKH\ MgC_2O_4 = [Mg^{2+}] \cdot [C_2O_4^{2-}] = 8{,}6 \cdot 10^{-5}.$$

Emma bu çöküdi artykmaç alnan ammoniý oksalatynda kompleks ionyny emele getirýär:

$$MgC_2O_4 + C_2O_4^{2-} = [Mg(C_2O_4)_2]^{2-}.$$

Emele gelen kompleks ionynyň durnuklylygy gaty ýokary däldir:

$$K_{durn} = [Mg^{2+}] \cdot [C_2O_4^{2-}]_2/[Mg(C_2O_4)_2]^{2-} = 4{,}2 \cdot 10^{-5}$$

Ýokarky täsirleşmäniň deňagramlylyk konstanty (Kd) şeýle ýazylyp bilner:

$$K_D = [Mg(C_2O_4)_2]^{2-}/[C_2O_4^{2-}] \cdot [Mg^{2+}] \cdot [C_2O_4^{2-}]/[Mg^{2+}] \cdot [C_2O_4^{2-}] =$$
$$= EKH_{MgC_2O_4}/K_{durnMg}(C_2O_4)_2^{2-} = 8,6 \cdot 10^{-5} / 4,2 \cdot 10^{-5} = 2,05$$

Konstantyň ululygyny ergindäki magniý ionynyň başky konsentrasiýasyna $[Mg^{2+}] = 0,1$ g-ion/dm$^3$ bölmek bilen, $Mg^{2+}$ ionynyň doly oksalat kompleks $[Mg(C_2O_4)_2]^{2-}$ birleşmesine öwürmek üçin näçe oksalat ionynyň konsentrasiýasynyň gerekdigini taparys:

$$[C_2O_4^{2-}] = [Mg(C_2O_4)_2]^{2-}/Kd = 0,1/2,05 = 0,05 \text{ g-ion/dm}^3,$$

şu ýagdaýda, ýagny $[C_2O_4^{2-}] = 0,05$ g-ion/dm$^3$ deň bolsa, kalsiý ionyny $CaC_2O_4$ görnüşinde doly çökendigini barlamak üçin, ergindäki $Ca^{2+}$ ionynyň konsetrasiýasyny EKH ($CaC_2O_4$) ululygy esasynda şeýle kesgitlemek bolar:

$$[Ca^{2+}] = EKH_{CaC_2O_4}/[C_2O_4^{2-}] = 2,3 \cdot 10^{-9}/0,05 = 4,6 \cdot 10^{-8}$$
g-ion/dm$^3$.

Geçirilen hasaplamanyň esasynda, erginde galan ionlarynyň konsentrasiýasy $Ca^{2+}$-niw doly çökendigini tassyklaýar, ýagny:

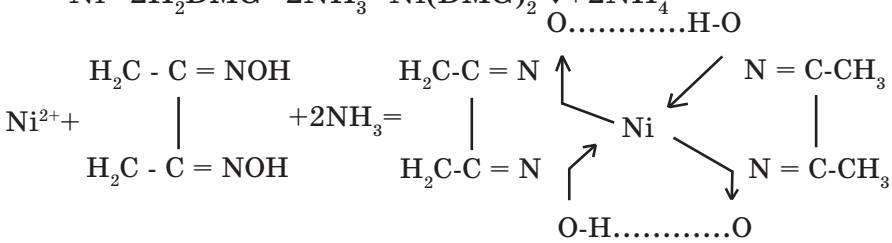
$$4,6 \cdot 10^{-8} < 10^{-6} \text{ g-ion/dm}^3$$

## 8.8. Organiki çökdürijiniň kömegi bilen içki kompleks birleşmäniň emele gelmeginiň esasynda nikeli misden bölüp aýyrmak

Nikel ionyny mis ionyndan bölüp aýyrmak üçin dimetilglioksimiň ($H_2DMG$) ammiakly ergini ulanylýar. Täsirleşmäniň netijesinde nikel iony mukdar taýdan nikel dimetilglioksimaty görnüşinde çökýär. Mis iony bolsa bu

ýagdaýda erginde galýar. Nikeli çökdürmegiň täsirleşmesi şeýle geçýär.

$$Ni^{2+} 2H_2DMG = 2NH_3 = Ni(DMG)_2 \downarrow + 2NH_4^+$$




Emele gelen çökündiniň, ýagny nikeliň dimetilglioksimatynyň gyzyl reňki bardyr we ereýjiliginiň köpeltmek hasylynyň (EKH) ululygy kiçidir:

$$EKH_{Nt(NDMG)_2} = [Ni^{2+}] \cdot [DMG]_2 = 4{,}3 \cdot 10^{-24}$$

110-120°C-de guradylanda ýa-da ýakylanda çökündiniň himiki düzümi üýtgemeýär. Şonuň üçin hem çökündiniň çökdürilýän we grawimetrik formalary bir meňeşdir.

$$Ni(DMG)_2 \xrightarrow{t^\circ} Ni(DMG)_2.$$

çökdürilýän formasy (görnüşi) — grawimetrik formasy (görnüşi)

Analiz edilýän ergindäki nikel metalynyň mukdaryny şu formula boýunça kesgitlemek bolar:

$$X_{Ni} = Q_{Nt(DMG)_2} \cdot F \cdot Vk/Vn$$

bu ýerde $F = Ni/Ni(DMG)_2 = 58{,}71/288{,}94 = 0{,}2032$

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. Termograwimettrik analiz, esasan, çöküdileri öwrenmäge esaslanandyr. Bu usulyň kömegi bilen çöküdileri haýsy temperaturada guratmak we gyzdyrmak (ýakmak) mümkindigini kesgitleýärler.

Meselem, $Ag_2CrO_4$ çöküdisi gyzdyrylanda başdaky agramynyň azalmagy, onuň düzüminde artykmaç ýuwulan suwlaryň aýrylmagy esasynda bolýar. 92 – 212°C temperatura aralygynda çöküdiniň agramy azalman durýar. 212 – 245°C temperatura aralygynda kislorodyň bölünip çykmagy amala aşyrylýar. Çöküdiniň agramynyň azalmagy täsirleşmäniň şeýle ýagdaýda geçýändigini görkezýär:

$$2Ag_2CrO_4 \rightarrow 2O_2 + 2Ag + 2AgCrO_2$$

Galan garyndy kümüş metaly bilen kümüş hromitiniň garyndysydyr.

Şeýlelikde, hrom ionyny $Ag_2CrO_4$ çöküdisi görnüşinde derňejek bolsaň, ony 92-212°C temperatura aralygynda gyzdyrmak bolar, ýagny 110-140°C temperatura aralygyny almak bolar.

Kalsiniň we magniniň oksalatlary özlerini alyp baryşlarynda ep-esli tapawudyň bolmagy sebäpli, olary bilelikde kesgitlemäge mümkinçilik bolýar. Kalsiý oksalalty özüniň uglerodyny we artykmaç kislorody iki basgançak boýunça ýitirýär:

1. $CaC_2O_4 \rightarrow CaCO_3 + CO\uparrow$,
2. $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2\uparrow$.

Magniý oksalaty bolsa emele gelmek we dargamak basgançaklaryny geçmän, täsirleşme şu aşakdaky ýaly geçýär.

$MgC_2O_4$ $MgO + CO + CO_2$

Şu birleşmeleriň aşakdaky ýaly durnuklylyklary bolýar:

| Birleşme | Temperatura °C | Birleşme | Temperatura °C |
|---|---|---|---|
| $CaC_2O_4 * H_2O$ | < 100 | $MgC_2O_4 * 2H_2O$ | 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 magnininň oksidi durnukly. 900°C temperaturada diňe $Ca^{2+}$ iony ýönekeý oksid görnüşinde bolýar. Şu iki temperaturada (500-900°C) garyşyk çökündiniň agramyny deneşdirmek bilen başky nusgadaky kalsiý ionynyň we magniý ionynyň mukdarlaryny kesgitlemek bolýar.

Termograwimetrik analizini geçirmezden ön her bir analiz üçin termoterezini anyklaşdyrmalydyr (kalibrowka etmelidir). Onuň üçin tereziniň gapjagazyna agramy belli bolan ýüki goýmaly we bellik etmeli (meselem 100 mg we ş.m.)

## 8.10. Mukdar analizindäki ýalňyşlyklar

Mukdar analizi geçirilende biz nähili dykgat bilen işlesek hem biziň analiz netijesinde alan mukdarymyz hakyky alynmaly mukdardan bir az tapawutlanýar, ýagny bir näçe ýalňyşlyklar goýberilýär.

Özleriniň häsiýetlerine görä mukdar analiz ýalňyşlyklary bir näçe topara bölünýär:

1. Yzygiderli ýalňyşlyklar.
2. Tötänden bolan ýalňyşlyklar.
3. Gödek ýalňyşlyklar.

## 8.11. Yzygiderli ýalňyşlyklar

Yzygiderli ýalňyşlyklar şu aşakdakylardan ybaratdyr:

a) analiz edilýän usulyň we abzallaryň göýberýän ýalňyşlygy (usul bilen baglanyşykly ýalňyşlyk). Bu ýalňyşlyk analiz üçin ulanylýan usulyň goýberýän ýalňyşlygy bilen baglanyşyklydyr. 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) ýalňyşlygyň ulanylýan abzallar bilen bagly bolmagy (tereziler, çeküw daşlar, ölçeýji gurallar, kolbalar, pipetkalar, we ş.m.)

ç) ulanylýan reaktiwler sebäpli goýberilýän ýalňyşlyklar.

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 ýalňyşlyklar.

Analitiki himiýada geçirilýän iş dogry ýa-da ýeterlikli doly geçirilmese şu ýalňyşlyklar bolýar, ýagny çökündileriň doly ýuwulmazlyklary netijäniň mukdaryny köpeldýär ýa-da çökündi gereginden köp ýuwulsa, yzygiderli ýitgi bolýar. Çökündinin 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 ýalňyşlyklar. Bu ýalňyşlyklar talyplaryň iş başarjaňlyklary bilen baglanyşyklydyr.

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 ýalňyşlyklara eltýär. Şonuň üçin her bir talyp özbaşdak, talaba laýyk ýagdaýda işlemelidir we öz dogry netijesini almalydyr, özbaşdak iş başarjaňlygynda alnan netijäniň üsti bilen maglumatlary görkezmelidir.

## 8.12. Tötänden bolan ýalňyşlyklar

Tötänden bolan ýalňyşlyklar dürli sebäplere görä bolýarlar. Meselem, temperaturanyň üýtgemegi, işde aljyraňlylyk, başagaýlyk, çökündiniň bir bölegini bilmezlikden ýitirmeklik we ş.m.

Tötänden bolan ýalňyşlygy yzygiderli ýalňyşlyk 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 ýalňyşlygy 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 ýalňyşlygy analiziň netijesine täsir etmez ýaly nazary taýdan göz öňünde tutmak bolar.

Onuň üçin köp parallel geçirilýän tejribeleriň netijelerini hasabyýet statistik usulynyň kömegi bilen işlemek bolar.

## 8.13. Gödek ýalňyşlyklar

Gödek ýalňyşlyklar analiziň netijesine örän uly täsir edýärler. Gödek ýalňyşlyklar, esasan, terezilerde barlaýan maddamyz dogry çekilmese, çökündi bölünip aýrylanda birnäçe bölegini ýitirilmegi, titrlemeklik geçirilen wagtynda harçlanylýan işçi erginiň göwrümi býuretkanyň şkalasyndan nädogry hasaplanylmagy, erginiň çökündini almak üçin nädogry guýulmagy we ş.m. gödek ýalňyşlyklara getirýärler. Eger-de, parallel geçirilen analizleriň içinde gödek ýalňyşlyklaryň netijesi bar bolsa, ýagny netijeleri beýleki analizlerden uly tapawutlanýan bolsalar onda olary aýryp taşlamaly. Ýogsam gödek ýalňyşlyklar sebäpli analiz geçirýän maddamyzyň ýa-da elementimiziň netijesi dogry bolmaz.

Mukdar analizinde absolýut we otnositel ýalňyşlyklary tapawutlandyrýarlar. Ýalňyşlygy absolýut birlikde bilmekden (g-mg%) otnositel ýalňyşlygy kesgitlemek örän möhümdir.

Absolýut ýalňyşlyk. Bu barlaýan maddamyzyň alnan netijesiniň ululygynyň onuň hakyky bahasyndan tapawudydyr.

Meselem kristal halyndaky bariý hloridiň düzüminden 14,70% kristallaşan suw tapylan. $BaCl_2 \cdot H_2O$ formula boýunça kesgitlenende kristallaşan suw 14,75% hasaplanylan. Analiziň absolýut ýalňyşlygy (A) şeýle bolar:

$$A = 14{,}70 - 14{,}75 = -\ 0{,}05\%.$$

**Otnositel ýalňyşlyk.** Bu absolýut ýalňyşlygyň ölçelýän ululygyň hakyky bahasyna bolan gatnaşygy bolup, ol 100-e köpeldilýär. Meselem, $BaCl_2 \cdot 2H_2O$-nyň düzümindäki kristallaşan suw ölçenilende otnositel ýalňyşlyk (*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 ýalňyşlyklaryny kesgitlemeli.

$$A = 0{,}5218 - 0{,}5234 = -\ 0{,}0016 \text{ g}.$$

Bu ýerde aýyrmak ýa-da goşmak belliklerini goýmak hökman däl, sebäbi ikisi hem bir ýalňyşlyk.

$$Da = \frac{-0{,}0016}{0{,}5234} \cdot 100\% = -0{,}31\%.$$

Otnositel ýalňyşlygy 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 gaýtalanylan 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 ýalňyşlygy kesgitlemek bolar.

Hasaplamagy geçirmek üçin ortaça arifmetik sany birnäçe parallel geçirilen tejribeleriň esasynda çykarýarlar. Meselem, aýdalyň $x_1$, $x_2$, $x_3$, $x_4$, ..., $X_n$ netijeler alnan.

Ýokarda aýdyşymyz ýaly ortaça arifmetiki bahany wo bilen bellesek, onda:

$$x_0 = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + \ldots + x_n}{n}\ ,$$

bu ýerde *n* - tejribäniň näçe gezek gaýtalanyp geçirilendigini görkezýär.

Ortaça tapawudy ýa-da gyşarmany $\Delta_{ort}$ her bir tejribäniň gyşarmasynyň ortaça arifmetik san bahasy bilen deňeşdirilip alnandaky jemini geçirilen tejribäniň sanyna bölüp alýarys.

$$\Delta_{ort} = \frac{\sum [x_1 - x_0]}{n}\ . \qquad (2)$$

Ýalňyşlygy has takyk hasaplamak üçin her bir gözegçiliginň $\Delta_{ort}$ ululygynyň ýerine ýerine ortaça kwadratlaýyn ýalňyşlygyny ($\delta$) şu formula boýunça hasaplaýarlar:

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum (x_1 - x_0)^2}{n\text{-}1}}. \qquad (3)$$

Umuman (2) we (3) formulalar boýunça hasaplanylyp alnan sanlar bir-birlerine ýakyndyr.Şonuň üçin, adatdaky ýagdaýlarda (2) formuladan peýdalanmaklyk ýeterlikdir.

Mukdar analizinde ýalňyşlygy 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 ýalňyşlygyny 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 tapawutlandyrýarys.

$$d = x_1 - x_0$$

$d_1 =$
$d_2 =$
$d_3 =$
$d_4 =$
$d_5 =$
$d_6 =$
$d_7 =$

Şu tapawutlaryň alamatlaryny taşlaýarys.

Ortaça gyşarmany şu formula boýunça hasaplaýarys:

$$\Delta_{ort} = \frac{\sum (x_1 - x_0)}{n}.$$

Şeýlelikde, ortaça netijäni şu aşakdaky ýaly ýazmak bolar:

$$x_0 = 9{,}37 \pm 0{,}05.$$

Has takyk hasaplamak üçin şu aşakdaky deňlemäni ulanýarys:

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum (x_1 - x_0)^2}{n\text{-}1}}.$$

Analizçiniň öňünde analiziň dogry geçirilendigini bilmek wezipesi durýar. Biziň ýokarda görşümiz ýaly özleriniň atlandyryşlaryna görä ýalňyşlyklar absolýut we otnositel, gelip çykyşlary boýunça yzygiderli we tötänden bolýarlar. Ýalňyşlyklara dogry häsiýetnama bermek üçin olaryň dogrulygyny we gaýtalananda alynýan netijelerini kesgitlemekligi başarmaly. Ýalňyşlygyň 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 ýalňyşlyklar boýunça, gaýtalananda alynýan netijeler bolsa tötänden bolýan ýalňyşlyklar bilen kesgitlenýär.

Şu ýalňyşlyklaryň içinde iň howplusy yzygiderli ýalňyşlykdyr, sebäbi olary hemişe ýüze çykarmak başartmaýar. Bu ýalňyşlyklary ýüze çykarmagyň birnäçe görnüşleri bardyr. Şolaryň içinden iň köp ulanylýany tejribe (eksperiment) netijesinde alnan, haýsy hem bolsa bir elementiň mukdaryny şol elementiň standart erginde saklaýan mukdary bilen dürli usullaryň esasynda deňeşdirmekdir. Eger-de, tejribe netijesinde we standart erginde gözlenilýän elementiň

mukdary dürli usullarda (goýberilýän ýalňyşlyklara görä) ýakyn bolsa, onda analitiki analiz dogry geçirilipdir diýip hasaplanýar.

## 9. ÇEKÜW ANALIZI

Grawimetrik analiziň çökdürmek usulynyň asyl manysy, 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 çokdürme şertleriniň: (erginleriň konsentrasiýasynyň, kislotanyň, 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, konsentrirlenen erginleriň çalt birleşmeginde) we çökündili sistemany garyndylaryň adsorbsiýasyny azaltmak üçin örän tiz, suw bilen (suwukluklandyrmak üsti bilen) geçirmegi maslahat beryärler.

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 turşadylan erginde, kükürt kislotasynyň suwuklandyrylan erginini damja-damjadan goşmak we garmak bilen geçirmeli.

Çökdüriji – $H_2SO_4$.

Çökdürilýan görnüş – $BaSO_4$.

Çekilýan görnüş – $BaSO_4$.

**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 göwrümli 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 – $BaSO_4$, ergininiň içinde indiki sapaga çenli çökündiniň ösmegi, köpelmegi üçin goýulýar. Eger çökdürmäniň öň ýanyndan sistema 2-3 ml 1%-li kükürt kislotasynyň ergini goşulsa, onda çökündini 30 min geçenden soň süzmek bolar. Süzme hadysasy gök

lentaly dykyz süzgüjiň üstünden dekantasiýa usuly boýunça geçirilýär. Ýuwýan suwuklyk hökmünde distillirlenen ýyly suw ulanylýar. Çökündini guradyjy şkafda 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:

$$\% \ Ba = \frac{aA\ 100}{mM}$$

Bu ýerde a – çökündiniň massasy, m – nusganyň agramy, A – bariniň otnositel atom massasy, M – $BaSO_4$-iň otnositel molekulýar massasy.

## 9.2 $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 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 býuksy gapagy bilen analitiki terezide çekmeli. Tehniki terezide $BaCl_2 \cdot 2H_2O$-dan 1,5 gr çekmeli we býuksa ýerleşdirmeli hem-de analitiki terezide agramyny çekmeli.

Guratmak: içi duzly býuksy guradyjy şkafa ýerleşdirmeli hem-de 120-125°C temperaturada 2 sagat saklamaly, sowatmaga goýmaly, 20 min geçenden soňra analitiki terezide çekmeli. Soňra ýene-de içi duzly býuksy guradyjy şkafda 1 sagada golaý wagt saklamaly, sowatmaly, agramyny çekmeli. Umuman aýdanymyzda bu geçirilmeli işleri üç gezek gaýtalap ýerine ýetirmeli.

Hasaplama geçirmegiň tertibi:

Içi maddaly býuksyň 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.
Geçirilen analiziň takyklygyny barlamak.

244,3 g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ – 36,03 g $H_2O$ saklanýar

100g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ – x g $H_2O$ saklanýar.

$$x = \frac{36{,}03 \cdot 100}{244{,}3} = 14{,}75.$$

A = m (tej. g) – m (naz · g) = absolýut ýalňyşlyklar = g;

$$D = \frac{\text{(absol. yalňyş)} \cdot 100}{\text{m (naz. g)}} \quad \text{otnositel ýalnyşlyk} = \%$$

$$D = \frac{\text{A}}{\text{m(naz} \cdot \text{g)}} \cdot 100 = \%.$$

## Kislota-esas titrleme usuly

### Kislotalaryň we aşgarlaryň titrlenen erginlerini taýýarlamak

a) konsentrirlenen duz kislotasyndan (d = 1,19) 0,1 N HCI ergini taýýarlamak.

0,1 N duz kislotasynyň erginini taýýarlamak üçin adaty konsentrirlenen kislotalardan peýdalanylýar. Duz kislotasynyň dykyzlygy 1,19 g/sm$^3$ «tüsseleýär» ýa-da ergin taýýarlamak üçin az konsentrasiýaly, meselem 20 %-li ergini almak amatly bolýar.

Dykyzlygy areometr bilen kesgitlenýär, soňra duz kislotasynyň göterim konsentrasiýasyny bilýärler we 500 ml 0,1 N ergin taýýarlamak üçin bu kislotadan näçe almalydygyny hasaplaýarlar. HCI ergini taýýarlamak üçin 3,646 : 2 = 1,823 g. Muny bilip şu gatnaşygy düzýärler:

100 g ergin – 38 g HCI saklaýar.

$X_g$ – 1,823 g HCl

$$X = \frac{100 \cdot 1,823}{38} = 4,8 \text{ g}$$

4,8 : 1,19 = 4,0 ml.

Soňra 4ml kislotany ölçeýärler we ony kolba geçirýärler, soňra 500 ml ölçegli 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 kristallaşdyrylan önümi peýdalanylýar.

Natriý tetraboratynyň gaýtadan kristallaşdyrylyşyny 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 guýgujynda sorulýar, duzy distillirlenen suw (2-4°C) bilen ýuwýarlar we otag temperaturasynda guradýarlar.

Natriý tetraboraty duz kislotasy bilen özara täsirleşende täşirleşme geçýär, ony aşakdaky shema boýunça aňlatmak mümkin:

$$B_4O_7^{-2} + 5H_2O \Leftrightarrow 2H_2BO_3^- + 2H_3BO_3$$

$H_2BO_3$-iony erginde gidrolize sezewar bolýar.

$$H_2BO_3^- + H_2O \Leftrightarrow OH^- + H_2BO_3$$

$OH^-$ ionlary kislotalar bilen titrlenýär we gidroliz ahyryna çenli geçýär.

Titrlemegiň jemi aşakdaky deňleme boýunça aňladylýar:

$$B_4O_7^{2-} + 2H^+ + 5H_2O \rightarrow 4H_3BO_3$$

$$E\ Na_2B_4O_7 \cdot 10\ H_2O = M/2 = 381{,}37/2 = 190{,}63$$

$$m_{Na_2B_4O_7} \cdot 10H_2O = E \cdot N \cdot V/1000 = 190{,}63 \cdot 0{,}1 \cdot 50/1000 = 4{,}77\ (g)$$

Içi $Na_2B_4O_7$ * $10H_2O$-ly býuksyň massasy – 25,3642g
Boş býuksyň agramy – 20,5932g
(Boş býuksyň agramyny aýranyňda) – 4,7710g
$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ massasy = 4,7710 (g)

250 millilitrlik kolbanyň – göwrümine distillirlenen suw, ýagny natriý tetraboratynyň eremegi üçin goşýarlar, suw hammamynda gyzdyrýarlar, duz doly ereýänçä garýarlar.

Erginiň titri we normallygy hasaplananda şu formulalardan peýdalanylýar:

$$T_{Na_2B_4O_7} \cdot 10\ H_2O = m/V = 4{,}7710/250 = 0{,}01908\ (g/ml)$$

$$N_{guz} = T \cdot 1000/Ý = 0{,}01908 \cdot 1000/191{,}04 = 0{,}1004\ (g\text{-}ekw/l)$$

ç) natriý tetraboraty boýunça titrleme usuly arkaly duz kislotasynyň ergininiň titrini kesgitlemek.

25 millilitrlik arassa pipetkany alýarlar, ony natriý tetraboratynyň (ölçegli kolbadan) ergini bilen çaýkaýarlar. 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 gelýänini 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.

$$V_{ort} = \frac{24{,}76 + 24{,}80 + 24{,}78}{3} = 24{,}78\ ml.$$

Titrlemeden soňra duz kislotasynyň normallygy hasaplanýar:

$$N_{duz}V_{duz} = N_{kis}V_{kis}$$

$$N_{kis} = \frac{N_{duz} \cdot V_{duz}}{V_{kis}} = \frac{0{,}1008 \cdot 25{,}0}{24{,}78} = 0{,}1013(g - ekw/l)$$

## 9.3 Gury garyndydaky sulfatyň kesgitlenilişi

Garyndynyň çekilip alnan mukdaryny distillirlenen suwda eretmeli. Soňra tursy gurşawda çökdürijiniň, $BaCl_2 \cdot 2H_2O$-nyň gowşadylan gyzgyn ergininiň damjalaryny goşmak bilen çökdürmeli:

Reaktiwler we enjamlar:

| | |
|---|---|
| $BaCl_2 \cdot 2H_2O$, | 1%-li ergin, |
| HCl, | 2N ergin, |
| $AgNO_3$, | 1%-li ergin, |
| $Na_2SO_4$, | nusga, analiz üçin alynýan madda. |

### Kesgitlenişiň usuly

Analiz üçin garyndynyň 0,3-0,4 gr mukdaryny býuksda çekip almaly. Ilki býuksy analiz edilýňän madda bilen billelikde 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 täzeden 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 gyzdyrmaly we onuň üstüne duz kislotasynyň (HCl) 2N ergininiň 2-ni goşmaly.

$SO_4^{2-}$ iony çökdürmekligi gyzdyrylan erginde $BaCl_2 \cdot 2H_2O$-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 ergininiň 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 reaksiýä bolýançadowam etmelidir. Alnan çökündini çalarak çygly ýagdaýyna çenli guradyjy şkafda 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.

$$\%SO_4^{2-} = \frac{a \cdot A \cdot 100}{M \cdot m}.$$

Bu ýerde A-absolýut, D-otnositel ýalňyşlyklaryň hasaplanylyşy.

18,3 – 17,6 = 0,7 gr çekip alnan çöküdiniň agramy

$Mr(BaSO_4) = 233,4$

$Mr(Na_2SO_4) = 119,06$

$Mr(SO_4^{2-}) = 96,06$

$$\%SO_4^{2-} = \frac{0,7 \cdot 96,06 \cdot 100}{0,4 \cdot 233,4} = \frac{672,2}{93,36} = 72,02\%$$ tejribede tapylany.

Nazaryýetde:

119,06 gr $Na_2SO_4$ – 96,06 gr – $SO_4^{2-}$ saklanýar.

100gr – X gr

$X$=100 * 96,06/93,36=80,68%

$X$ = 80,68%

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 $Fe(OH)_3$ görnüşinde çökdürmäge, çökdürilen formany ýakmak bilen çekiw formany $Fe_2O_3$ almaga we ondaky demriň mukdaryny kesgitlemäge esaslanandyr.

Çökdürilýän formanyň alnyşyny aşakdaky himiki deňleme bilen aňlatmak bolar:

$$FeCl_3 + 3NH_4OH \rightarrow Fe(OH)_3\downarrow + 3NH_4Cl$$

$$Fe^{3+} + 3NH_3 + 3HOH \rightarrow Fe(OH)_3\downarrow + 3NH_4^+$$

Demriň (III) gidrooksidi ýakylan mahalynda, onuň (III) oksidi emele geler:

$$2Fe(OH)_3 \xrightarrow{t^\circ c} Fe_2O_3 + 3H_2O.$$

1400-1500°C-da demriň (III) oksidi köýdürilende ol demir (II) oksidine çenli gaýtarylýar:

$$6Fe_2O_3 \xrightarrow{t^\circ c} 4Fe_3O_4 + O_2\uparrow.$$

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:

$$6FeSO_4 + 2HNO_3 + 3H_2SO_4 \rightarrow 3Fe_2(SO_4)_3 + 4H_2O + 2NO\uparrow.$$

Demir gidroksidini gyzdyrylan erginlerinden çökdürýärler. Munuň üçin demriň duzlary gidrolize sezewar edilýär, mysal üçin:

$$3Fe^{2+} + 4H^{+} + NO_3^{-} = 3Fe^{3+} + NO\uparrow + 2H_2O.$$

Deňlemeden görnüşi ýaly, demriň (III) esas duzy emele gelýär:

$$Fe(CH_3COO)_3 + 6H_2O \rightarrow [Fe(OH)_6](CH_3COO)_3.$$

Şonuň üçin [gidrolizi tiz geçirmek we (II) demri (III) demre okislendirmek üçin] ergine azot kislotasyny goşýarlar:

$$[Fe(OH)_6](CH_3COO)_3 + xH_2O \leftrightarrow [Fe(OH)_6]_{gidr}^{3+} + 3CH_3COO_{Hgidr}^{-}$$

ýa-da

$$FeCl_3 + 2H_2O \leftrightarrow Fe(OH)_2Cl + 2HCl$$

$$Fe(OH)_2Cl + H_2O \leftrightarrow Fe(OH)_3 + HCl.$$

Metallaryň oksidlerini aşakdaky usullar boýunça açmak bolar:

a) protoliziň deňagramlylygyny saga (olaryň duzlarynyň gidrolizini ahyryna çenli geçirmek) süýşürmek bilen, çagny bölünip çykçan protonlary az ionlaşçan birleşmelere baglanyşdyrmak (gidrolitiki usul) bilen almak bolar. Mysal üçin:

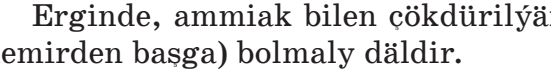
$$Me(H_2)_n^{m+} + H_2O \xrightarrow{} Me(OH)(H_2O)_{n-1}^{(m-1)} + H_3O^{+}$$

$$Me(OH)_{m-1}(H_2O) \xrightarrow{} Me(OH)_m + H_3O^{+}$$

b) protoliziň deňagramlylygyny çepe süýşürmek bilen, ýagny kislota bölünip çykarylýar we metalyň kationy, onuň akwokompleksinden ammiagyň suw ergini arkaly çökdürilýär. Amorf çökündileriň emele gelýän ýagdaýynda, sistemada koagulirleýji elektrolit bolmalydyr.

## 9. 5. Demriň kesgitlenilişi

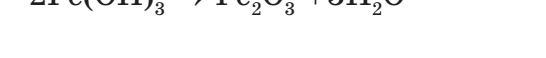
Ergininň az doýgun ýagdaýynda (nusgawy usul) we has doýgun ýagdaýynda (Tananaýewiň usuly), demri çökdürmek bilen onuň mukdaryny kesgitlemek bolýar. Iki ýagdaýda hem II walentli demri III walentli demre çenli okislendirmek hökmandyr. Sebäbi III walentli demir çökdürilýän formanyň az eremekligini we çekilýan formanyň durnuklylygyny üpjün edýär. Demri kesgitlemek üçin onuň III walentli duzunyň erginine ammiagyň suw ergininiň artykmaç mukdaryny täsir etdirýärler we demri $Fe(OH)_3$ görnüşinde çökdürýärler:



$$FeCl_3 + 3NH_4OH \rightarrow Fe(OH)_3 + 3NH_4Cl.$$

Erginde, ammiak bilen çökdürilýän beýleki elementler (demirden başga) bolmaly däldir.

Demriň (III) gidroksidi ýakylanda, onuň III walentli suwsuz oksidi emele gelýär:



$$2Fe(OH)_3 \rightarrow Fe_2O_3 + 3H_2O$$

Bu ýerde: $Fe(OH)_3$-çökdürilýän forma; $Fe_2O_3$ – çekilýän forma;

### Gaplar we reaktiwler

1. Göwrümi 400 ml bulgur.
2. Çüýşeden ýasalan guýguç,
3. Aýna taýajygy,
4. Süzgüç kagyzy,
5. Damdyryjy,
6. $FeCl_3$ ergini,
7. HCl ýa-da $HNO_3$,
8. $NH_4OH$-nyň gowşadylan (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 gowşadylan (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 ýuwýarlar. 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 hasaplanyş 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 gaýtalanylýar. 40 min köýdürilenden soň 15-20 min sowadylýar. 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 ýuwýarlar.

**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:

$$F_{Fe^{3+}} = 2Ar_{Fe^{3+}}/MrFe_2O_3.$$

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 (ammoniý gidroksidi) ulanylýar:

$$FeCl_3 + 3NH_4OH = Fe(OH)_3\downarrow + 3NH_4Cl.$$

Köýdürilende demir (III) gidroksidi, demir (III) oksidine – çekim forma(görnüş) öwrülýär we ony çekilýär.

$$2Fe(OH)3 \rightarrow Fe_2O_3 + 3H_2O$$

Demir gidroksidi çökdürilende, edil kristal şekilli çökündileriň çökdürilişi ýaly gyzdyrylan erginlerden çökdürilýär. Demir gidroksidiniň – $Fe(OH)_3$ amorf şekilli çökündisiniň ýeňillik bilen kolloid erginlerini berip bilýändigi sebäpli täsirleşmäni koagulirleýji-elektrolit gatnaşmagynda geçirilýär. Şonuň ýaly-da demir duzlary gyzdyrylanda gidrolize sezewar bolýandygy göz öňünde tutulmalydyr:

$$FeCl_3 + 2H_2O \rightleftarrows Fe(OH)_2Cl + 2HCl$$

$$Fe(OH)_2Cl + H_2O \rightleftarrows Fe(OH)_3 + HCl.$$

Şol sebäpli stakanyň diwaryna ýelmeşip süzmegi kynlaşdyrýan çökündiniň emele gelmeginden goramak üçin ergine kislota goşulýar. Diýmek, demriň (III) hloridini azot kislotasynyň 3-5 ml 2n ergini bilen turşadylýar we seresaplyk bilen gyzdyrylýar (gaýnama ýetirmeli däl). Gyzgyn ergine 10%-li ammoniý gidroksidiniň ergininden tä gowşak ammiagyň ysy çykýança bölekleýin guýýarlar. Soňra stakanyň içindäkini aýna taýajygy bilen bulaýarlar we keseki maddalaryň adsorbsiýasyny azaltmak üçin distillirlenen gyzgyn suwuň 100 ml-i bilen gowşadylýar 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 çöküdiniň 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 çöküdini çalykdyrmaly we çyg süzgüç kagyzy bilen farfor üçburçlukda gaz gorelkanyň pes ýalnynda

guradylýar 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-$^0$C-de köýdürilýär. Uzak wagtlap we güýçli (1400-1500°C – de) köýdürilse, demriň (III) oksidi demriň (II, III) oksidine gaýtarylmagy mümkin:

$$6Fe_2O_3 \rightarrow 4Fe_3O_4 + O_2$$

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) | $X$g$FeCl_3$ |

$$X = \frac{324,42 \cdot 0,1702}{159,68} \cong 0,3457 \text{ g } FeCl_3.$$

**Kalsiý karbonatyndaky kalsini kesgitlemek**

Analiz edilýän $CaCO_3$ – suwda eremeýär. Analize başlamazdan öň çekilip alnan $CaCO_3$-i kislotada eretmeli:

$$CaCO_3 + 2H^+ = Ca^{2+} + H_2O + CO_2 .\uparrow$$

$Ca^{2+}$ ·ionyny mukdar taýdan kesgitlemekçi bolsak, onda ony oksalat görnüşinde çökdürmeli bolýar, $CaC_2O_4$ · H2O – (turşuja kislotasynyň duzy). Çökdürmeklik $H_2C_2O4$ bilen geçirilýär. Ol CaCO3 bilen şeýle görnüşde geçýär:

$Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} + H_2O = CaC_2O_4 \cdot H_2O$

$CaC_2O_4 \cdot H_2O$-nyň, ownuk kristal görnüşde çökýänligi sebäpli, ol süzgüç kagyzyndan çalt geçýär. Şonuň üçin, gowy çökündi aljak bolsaň turşy gurşawda çökdürmeli.

Aýdyňlaşdyrmak üçin deňlige seredeliň:

$H_2C_2O_4 = H^+ + HC_2O_4^-$ (1 -nji basgançak)

$HC_2O_4^- = H^+ + C_2O_4^{2-}$ (2 -nji basgançak).

Ionlaşma hemişeligi aşakdaky ýaly bolýar:

$$K = \frac{[H^+][HC_2O_4^-]}{[H_2C_2O_4]} = 5{,}6 \cdot 10^{-2}$$

$$K = \frac{[H^+] \cdot [HC_2O_4^{2-}]}{[HC_2O_4^-]} = 5{,}6 \cdot 10^{-5}$$

$C_2O_4^{2-}$ iony 2-nji basgançakdan görnüşi ýaly örän haýal geçýär. Bu taýda ergine kislota goşulanda $C_2$-$O^2{}_4$-ň anionlaryň köp bölegi $(NH_4)_2$ $C_2O_4$-däki anionlar bilen birleşip, soň bolsa erkin $H_2C_2O_4$ emele gelýär:

$$H_2C_2O_4 \rightleftarrows H^+ + HC_2O_4^- \rightleftarrows 2H^+ + C_2O_4^{2-}$$

$$HC_2O_4^- + H^+ = H_2C_2O_4.$$

Eger ergin gaty turşadylsa, onda $CaC_2O_4$-iň konsentrasiýasy örän pese düşýär we çökündi çökmez. Şol ergine az-azdan $NH_4OH$ goşsak, onda $H^+$ ionyň konsentrasiýasy peselýär hem-de $C_2O_4^{2-}$ ionynyň konsentrasiýasy köpeler. Şeýlelikde, çökündi çöküp başlaýar. Çökündi doly çökýär (pH = 3,3). Çökündi suwda gowy eränsoň, ony suw bilen ýuwmak bolmaýar. Onuň suwda ereýjiligini peseltmek üçin suwa $C_2O_4^{2-}$ -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 ýuwaşlyk bilen çaýkaýarlar.

Haçanda ähli çökündi eränden soň, ony gowşadýar. Şondan soň erginiň, üstüni 100 ml distillirlenen suw bilen doldurýarlar we ýene 5 ml (1:1) gatnaşykly HCl-nyň ýuwan erginini goşup, soňra 35 ml $(NH_4)_2$ $C_2O_4$ erginini goşup, ony 70-80°C-ä çenli gyzdyrýarlar. Ýene-de ýaňky erginiň üstüne býuretka bilen 5%-li $NH_4OH$ erginini örän haýal guýýarys. Çökündi emele gelenden soň, ony (gök lentaly) süzgüç kagyzyndan süzýäris. Şondan soň çökündi 3 sapar ýuwýarys. Ýuwmak üçin $(NH_4)_2$ $C_2O_4$-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 kagyzynyň içinden çykarman guradyjy peçde guradýarlar. Guradylma dowam edýärkä, içi boş göweji taýýarlanylýar. Hemişelik agramy alnan boş göweje süzgüç kagyzynyň içindäki çökündisi bilen bilelikde guradylan çökündini köýdürýäris. Köýdürip bolansoň, eksikatora salyp, sowadýarys we ýene ýarym sagat köýdürýäris. Iş azyndan 3-4 gezek gaýtalanýar.

**Hasaplanylyşy:** çökdürilýän madda $CaCl_2$.

$M = (CaCO_3) = 100$ Çökdüriji madda $(NH_4)_2$ $C_2O_4$

$M = (Ca^{2+}) = 40$ Ýuwujy madda $(NH_4)_2C_2O_4$-üň gowşak ergini.

$$\% Ca^{2+} = \frac{a \cdot A \cdot 100}{m \cdot M} \quad \frac{\text{Çökdürilýän forma } CaC_2O_4}{\text{Çekilýän forma CaO}}$$

$$CaC_2O_4 \xrightarrow[H_2O]{t°C} CaO + CO_2\uparrow + CO\uparrow$$

Bu ýerde a-çekim formanyň agramy, A-anyklanylýan ionyň atom agyrlygy, 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 mämişiniň (indikatoryň) gyzyl reňki sary reňke öwrülýänçä ammiagyň gowşadylan ergininiň damjalaryny damdyrmak we ergini garyp durmak bilen geçirýärler. Çökdürilen formanyň alnyşyny aşakdaky deňleme bilen aňlatmak bolar:

$$AlCl_3 + 3NH_4OH \rightarrow Al(OH)_3 + 3NH_4Cl$$

$$2AlCl_3 + 6NH_4OH + 9H_2O \xrightarrow{20°C} Al_2O_3 \cdot 6H_2O + 6NH_4^+ + 6Cl^-$$

Çökdürilýän forma ýäkylanda, alýumininiň suwsuz oksidi emele gelýär:

$$Al_2Cl_3 \cdot 6H_2O \rightarrow Al_2O_3 + 6H_2O$$

Bu ýerde $Al_2O_3 \cdot 6H_2O$ – çökdürilýän forma, $Al(OH)_3$, $Al_2O_3$ – çekilýän forma.

**Gaplar we reaktiwler:**

1. Göwrümi 250-300 ml-lik stakan,
2. Býuretka;
3. Gyzyl ýa-da ak lentaly süzgüç kagyzy;
4. Aýnadan ýasalan guýguç;
5. Aýna taýajygy;
6. Damdyrgyç;
7. Metil mämişisi (indikator);
8. $NH_4NO_3$ – 4-6 g kristal görnüşinde;

9. $NH_4NO_3$-üň 10%-li ergini;
10. $AgNO_3$-üň 1%-li ergini;
11. $Al(NO_3)_3$-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 öwrülýänçä 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 kagyzyndan süzýärler. Ýuwujy suwuklyk hökmünde ammoniý nitratynyň 2%-li(metil mamişisi boýunça ammiak bilen neýtrallaşdyrylan) gyzgyn ergini peýdalanýarlar. ýuwmaklygy tä kümüş nitratynyň – $AgNO_3$-üň hlor iony $Cl^-$ bilen täsirleşmesi tamamlanýança dowam edýärler. Soňra çökündini guýgujyň özünde guradýarlar we göweje geçirýärler. Göweji mufel pejinde 900°C töweregi temperaturada saklaýarlar, ýagny çökündini köýdürýärler. Netijede, çökdürilen formamyz $Al_2O_3 \cdot 6H_2O$ çekilýän görnüşe $Al_2O_3$ geçýär. Cekilýän formanyň (görnüşiň) örän suwy özüne çekijiligi sebäpli, terezide çekilen mahaly tigeli massasy belli bolan agzy gapakly býuksda ýerleşdirýärler.

**Hasaplamak.**

Çekim görnüşdäki alýumininiň mukdaryny gramda aňladýarlar

$mAl = a \cdot F = g$

Bu ýerde *a* – çekim formanyň agramy, *m* – (Alnan nusganyň agramy) F-analitiki köpeldiji.

$$\%\text{- göterimde } X_{Al} = \frac{a \cdot Ar(Al) \cdot 100}{m \cdot M(Al_2O_3)} = \%$$

m – analiz üçin alynan nusganyň agramy.

## 10. GÖWRÜM ANALIZINIŇ USULLARY

Titrimetriki (göwrüm) usul analizi barlaýan maddamyzyň täsirleşmesi üçin gerek bolan reaktiwiň göwrümini 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 belleniliši 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 giryän erginleriň normallygy, $V_1$ we $V_2$ – erginleriň göwrümleri.

Täsirleşme üçin gatnaşýan erginleriň goýulygy olaryň göwrümine ters proporsionaldyr. Eger-de bize täsirleşmede ulanylýan titrantyň ýa-da işçi erginleriň konsentrasiýasy we göwrümi belli bolsa onda biz näbelli erginiň konsen trassýasyny şeýle kesgitläp 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 titrlemek diýilýär.

1 titr diýip 1 $sm^3$ (ml) erginde saklanýan maddanyň gram mukdaryna aýdylýar. Titr-T harpy bilen bellenip, onuň gapdalynda degişli maddanyň formulasy görkezilýär. Meselem, $TH_2SO_4$= 0,004900 g/$sm^3$ deň diýip hasaplanylsa, onda bu $H_2SO_4$ kislotanyň her bir $sm^3$ ergininde 0,004900g kislotanyň saklanýandygyny görkezýär.

Titrlemek 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 göwrüminde (ölçeg gaplarynda) eretmeli. Şunuň ýaly erginde normallygy, çekilip alynýan maddanyň mukdary hasaplanylýar. Meselem $Na_2CO_3$, $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, $H_2C_2O4 \cdot 2H_2O$, $K_2Cr_2O_7$ we ş.m. Şu ýagdaý üçin fiksanallary (öňden çekilip, hemme tarapy ýapyk gaba – probirka salynan madda) hem ulanmak bolar.

Birinji standart erginleri taýýarlamak üçin göz öňünde tutulmaly talaplar:

1. Şu maddalary himiki taýdan arassa görnüşinde almaklyk:

2. Olaryň düzümininiň himiki formulasyna doly gabat gelmegi:

3. Alnan maddallaryň düzümi saklanýan wagtynda üýtgemeli däldirler (howadaky maddalary özüne siňdirmek häsiýetleri bolmaly däl) hem-de CO, $H_2O$, $O_2$ $CO_2$ 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 (titrlemek usuly boýunça) kesgitlenýär. Meselem: HCl, NaOH, $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, $KMnO_4$, $J_2$ we ş.m.

Duz kislotasyny standartlaşdyrmak üçin biriji standart erginler – natriý karbonaty we natriý tetraboraty ulanylýar.

Titrlemek usul öz ýerine ýetirilişiniň esasyna görä üç sany topara bölünýär:

Dogry titrlemek usuly, tersine titrlemek usuly we orunbasaryny (titrlemegiň netijesinde emele gelen bir maddany titrlemek ýa-da çalyşmak usuly) titrlemek usuly.

Dogry titrlemek usulynda bir standart ergin ulanylýar Meselem, kükürt kislotasynyň erginini titrlemek üçin standart ergin hökmünde NaOH ýa-da KOH-y almak bolar.

Tersine titrlemek 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 býuretka bilen alnan ergininiň 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 gurşawyna çenli göwrümi takyk ölçenen NaOH standart erginini guýýarys. Duz kislotasy bilen täsirleşmä girmän artykmaç galan NaOH erginini neýtral gurşawa çenli ikinji standart ergini bolan HCl bilen titrleýäris.

Hasaplamagy geçirmek üçin, ilki bilen artykmaç alnan NaOH kesgitlenilýär. Artykmaç NaOH tersine titrlemegiň esasynda geçirilýär. Artykmaç tapylan NaOH-yň mukdary, NaOH-yň 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 turşy gurşawa çenli uksus kislotasyny guýýarys. Şunlukda, täsirleşme şeýle geçýär:

$$2CuSO_4 + 4KJ = Cu_2J_2\downarrow + J_2 + 2K_2SO_4$$

$$2Cu^{2+} + 2e^- = 2Cu^+$$

$$2J^- - 2e^- = J_2.$$

ergindäki hemme mis bir walentli mise çenli gaýtarylyp, $Cu_2J_2$ görnüşinde çökündi bolup çökýär. Erginde artykmaç KJ, $J_2$ (orunbasar) we $K_2SO4$ 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 krahmalyň ergini goşulýar. Ergin gök reňk alýar. Titrlenmegi ergin gök reňkden, tä çala, sarymtyk reňke geçýänçä dowam edýärler.

$$J_2 + 2Na_2S_2O_3 = 2NaJ + Na_2S_4O_6$$

$$J_2 + 2e^- = 2J^-$$

$$S_2O_3^{2-} - 2e^- = S_4O_6^{2-}$$

Täsirleşmeden görnüşi ýaly 1mol $CuSO_4$ 1 mol $Na_2S_2O_3$ 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. Çöküdiniň emele gelmegi bilen geçýän titrlemek (çökdürmek – argentometriýa titrlemek usuly) usuly.
4. Kompleks birleşmäniň emele gelmegi boýunça geçýän titrlemek usuly (helatometriýa titrlemek usuly).

Titrlemek usulynda grawimetriki usuldaky ýaly artykmaç reaktiw guýulmaýar, ol täsirleşme boýunça hasaplanylany bilen dogry gelmelidir. Şonuň üçin titrlemek hadysasy geçirilende täsirleşmäniň gutaran wagtyny, başga-ça aýdanda ekwiwalent nokadyny (e.n.) tapmaklygy başarmalydyr. Adatça e.n. indikatorlaryň reňkiniň üýtgemegi bilen kesgitleýärler, bularyň emele gelmegi aýrylmagy olaryň elek trik toguny geçirişi 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, kompleksonometriýa 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 üýtgeýşine görä e.n. tapýarlar (daşky indikatorlar).

Indikatorlar yzyna gaýdýan we gaýtmaýan bolmaklary mümkindir. Yzyna gaýdýan indikatorlara, köplenç, kislota-esas usulynda ulanylýan pH indikatorlary giryär. Yzyna gaýtmaýan reaksiýalar diňe bir gezek nokadyň üýtgeýşini 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.

Görşümiz 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 giç geçirilen analiziň netijesi gowy bolsa-da, ol tejribeligiň talaplaryny ödäp bilmeýär. Şonuň üçin himiki barlaglarda, senagatda, tilsimat işlerinde (domna ýa-da marten peçlerinde) öz wagtynda alnan netije gerek, sebäbi işiň gidişini 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 ergininiň hemmesi bir gezekde titrlenýär.

Pipetkalamak usuly boýunça titrlesek şeýle geçirilýär. Analiz edilýän madda ölçeg kolbasynda eredilýär we kolbanyň belligine çenli suw ýa-da başga erediji bilen doldurylýar. Kolbadaky taýýarlanylan erginden analiz geçirmek üçin pipetka bilen bir göwrüm alnyp titrlenýär.

Nusganyň titrleme analizi- täsirleşmä giryän 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 (kompleksonometriýa).

Bu usullaryň hemmesinde iki dürli ergin ulanylýar:

1. Birinji standart (işçi) erginler. Olar maddanyň belli bir gramynyň eredijiniň belli bir göwrüminde eretmek bilen taýýarlanylýar. Erginler ölçegi belli bolan gaplarda (kolbalarda) taýýarlanylmalydyr. 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:

$N_0 \cdot V_0 = N_{nus} \cdot V_{nus}$.

Onda: işçi – standart erginiň normallygynyň N0 onuň göwrümine $V_0$ köpeltmek hasyly, nusga (kesgitlenilýän) erginiň normallygynyň Nnus onuň göwrümine Vnus köpeltmek hasylyna göni proporsionaldyr ýa-da deňdir.

Ekwiwalent nokady dürli gurşawda. 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 laboratoriýalarynda, 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 (tapylan) «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 – $NH_2$, efir toparynyň – 0-$CH_3$ we başgalaryň barlygy bilen baglanyşyklydyr.

Berlen ergin üçin pH=-lg[$H^+$]diýildigi, munuň özi berlen ergindäki $H^+$ we $OH^-$ ionlaryň konsentrasiýasyna baglylykda pH üýtgeýär we indikatorlar erginiň reňkini üýtgedýär diýildigidir. Metil mämişi aşgar gurşawynda pH>7 sary reňkde bolup, turşy gurşawda pH<7 bolanda gülgüne reňke geçýär, ýagny pH=3,1. Eger tersine emele gelen turşy erginiň üstüne aşgary guýup, pH=4,4. ýetende ergin ýenede 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 turşy natriý gidrokarbonatynyň erginleri peýdalanylýar. Gaplar (işe başlamazdan öň) ilki distilirlenen suw bilen, soňra ulanylýan ergin bilen çaýkalmalydyr. Titrlemek hadysasy azyndan 3 gezek gaýtalanmalydyr.

## 10.1. Kislota – aşgar derňewi

Bu usuly aşakdaky deňlemeler arkaly ýazyp beýan etmek bolar:

$$OH^- + H^+ = H_2O$$

$$H_3O^+ + OH^- = 2H_2O.$$

Kislota – esas titrlemede ekwiwalent nokady indikatoryň gatnaşmagy bilen kesgitlenilýär. Bu usul kislotalaryň, esaslaryň we suw erginlerinde görkezilýän duzlaryň konsentrasiýasyny kesgitlemäge mümkinçilik berýär.

### Ölçegleri belli bolan gaplaryň göwrümini takyklamak

Titrleme usulynda gaplaryň göwrümini takyklamak üçin distillirlenen suw ulanylýar. Şonuň üçin gaplar çekilende suwuň dykyzlygynyň temperatura, howanyň täsirine baglydygyny ýatda saklamaly we goşmaça düzediş girizmelidir.

Gaplaryň göwrümi takyklananda 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 |

Işiň 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 ýalňyşlyk aşakdaky formula boýunça hasaplanylýar:

$d_{or} = 0,5 / \sqrt{v}$

bu ýerde $d_{or}$ – pipetkanyň göwrümindäki ýalňyşlyk, 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 ýalňyşlygy 0,1 ml-den uly bolsa, onda ol pipetkany ulanmak bolmaýar.

Kolbanyň göwrümini takyklamak: 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 ölçeýärler. 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:

$Vor = m/d_{22} = 250,08/0,99669 = 250.60$ (ml).

Bu ýerde d-suwuň $22^0$C-däki dykyzlygy, ýagny 0,99669 g/ml.

Diýmek, $\Delta V = V_{or} - V_w = 250,60-250,00 = 0,6$ (ml).

3. Kolbanyň bellik (ölçeg ülşüniň) edilişi:

Kolbanyň agramyny tehniki terezide takyk edip çekmeli. Soňra 250°C-däki agramyny hasaplamaly.

Ýagny $M(H_2O) = V \cdot d = 250 \cdot 0,99669 = 249,7$

Kolbanyň agramy + $M(H_2O)$, ýagny $m = 35,24 + 249,7 = 284,41$ (g)

Eger tereziniň iki eginleri deň bolmasa onda damjalap suwdan kolba damdyrylýar.

Pipetkanyň göwrümi hem kolbanyň hasaplanylyşy ýaly hasaplanylýar.

## Natriý tetraboratynyň (buranyň) ergininiň taýýarlanylyşy

Ilki bilen 250 ml 0,1 N ergini taýýarlamak üçin gerek bolan natriý tetraboratynyň $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ mukdaryny hasaplaýarlar.

$F_{bura} = 381,4/2 = 190,7$ g.ekw/l

II. $M(Na_2B_4O_7) = E(Na_2B_4O_7) \cdot V_{ml} \cdot N_E / 1000 =$

$= 190.7.250.0,1/1000 = 4,7675$

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 tehniki tereziler, ölçeg kolbasy 250 ml, aýnadan ýasalan guýguç, býuks, bura-4,5 g, distillirlenen suw.

***Işiň ýerine ýetirilişi***

Natriý tetraboratynyň 4-5 gramyny býuksy ýa-da sagat aýnasyny ulanyp tehniki terezide çekýärler. Soňra onuň, takmynan, çekilen mukdaryny analitiki terezinin 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 ýuwýarlar. Soňra kolbanyň göwrümininiň 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:

$$T_{bura} = m(_{nusga}) / V(_{ergin}) = 4,7675/250,0 = 0,01907 \text{ g/ml.}$$

Normallygy kesgitlemek üçin onuň titrini 1000-e köpeldip onun ekwiwalent massasyna bölýärler:

$$N_{bura} = T_{bura} \cdot 1000/E_{bura} = 0,01907 \cdot 1000/19,07 = 0,1 \text{ g. ekw/l.}$$

## Natriý karbonatynyň ergininiň taýýarlanylyşy

Suwsuz natriý karbonaty hem bura ýaly laboratoriýasynda kislotalaryň titrini takyklamak maksady bilen giňden ulanylýar. Ony, esasan, arassa görnüşindäki natriniň gidrokarbonatyny ýa-da gaýtadan kristallaşdyrylan natriniň oksalatyny 270-300°C temperaturada ýakmak (köýdürmek) bilen alýarlar. Ýagny:

$$2NaHCO_3 = Na_2CO_3 + H_2O + CO_2$$

$$Na_2C_2O_4 = Na_2CO_3 + CO.$$

Adatça, $Na_2CO_3$ düzüminde az mukdarda çyglylyk saklaýar. 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 tapylýar:

E $Na_2CO_3$ = 106/2 = 53 g-ekw/l  53 · 0,1 = 5,3 g-ekw/l

500 ml ergin üçin:
1000 ml-------5,3
500 ml--------x  x = 500 · 5,3/1000 = 2,65 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.

***Işiň ýerine ýetirilişi:*** 1. Natriý karbonatynyň hasaplanan mukdaryny (2,65 g) analitiki terezide býuksy ýa-da sagat aýnasyny ulanyp çekýärler. Soňra ony gury guýgujyň kömegi bilen 500 millilitrlik kolba geçirýärler. Boşan býuksy ýene-de analitiki terezide çekip, içi maddaly we içi boş býuksyň massalarynyň

tapawudy boýunça ölçeg kolbasyndaky natriý karbonatynyň massasyny takyklaýarlar. Gyzgyn suw bilen guýgujyň diwarlaryndaky natriý karbonatyndan ýuwup arassalaýarlar. Soňra kolbanyň göwrüminiň 2/3 bölegine çenli gyzgyn suw guýýarlar. Guýgujy 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 ergininiň) göwrümine bölýärler:

$$T_{Na_2CO_3} = m(_{nusga}) / V(_{ergin}) = 2,65/250 = 0,0106 \text{ g/ml}$$

II. Normallygy hasaplamak üçin onuň titrini 1000-e köpeldip, onuň ekwiwalent massasyna bölýärler.

$$2 \text{ N} \cdot (Na_2CO_3) = T\,(Na_2CO_3) \cdot 1000/E(Na_2CO_3) = 0,0106 \cdot 1000/53 =$$
$$= 0,2 \text{ g-ekw/l}.$$

## Kislota esas titrleme usuly

Kislotalaryň we aşgarlaryň titrlenen erginlerini taýýarlamak.

a) konsentrirlenen duz kislotasyndan (d=1,19) 0,1 N HCl erginini taýýarlamak.

0,1 N duz kislotasynyň erginini taýýarlamak üçin adaty konsentrirlenen kislota ulanylýar. Dykyzlygy 1,19 g/sm$^3$ duz kislotasy «tüsseleýär» ýa-da ergin taýýarlamak üçin az konsentrasiýaly, meselem 20%-li ergini almak amatly bolar. Dykyzlygy 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 g HCI almaly 0,5 *l* üçin ýarysyny 3,646:2 = 1,823 g.

Hasaplamadan soň, şu gatnaşygy düzýärler:

100g ergin ----------38 g HCl saklaýar

x g ----------1,823 g HCl

x = 100 · 1,823/38 = 4,8 g

4,8:1,19 = 4,0 ml.

Soňra 4 ml kislotany ölçeýärler, 500 ml ölçeg 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 kristallaşdyrylan önümi peýdalanylýar.

Natriý tetraboratynyň gaýtadan kristallaşdyrylyşyny 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 ýuwýarlar we otag temperaturasynda guradýarlar.

Natriý tetraboraty duz kislotasy bilen özara täsirleşmesi şeýle geçýär. Ony aşakdaky shema boýunça aňlatmak bolar:

$B_4O_7^{2-} + 5H_2O = 2H_2BO_3^- + 2H_3BO_3$

$H_2BO_3^-$ iony erginde gidrolize sezewar bolýar:

$H_2BO_3^- + H_2O = OH^- + H_3BO_3$

$OH^-$ ionlary kislotalar bilen titrlenýär we gidroliz ahyryna çenli geçýär.

Titrlemegiň jemi aşakdaky deňleme boýunça aňladylýar:

$$B_4O_7^{2-} + 2H^+ + 5H_2O = 4H_3BO_3$$

$$E \cdot Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O = M/2=38,137/2 = 190,63$$

$m\ Na_2B_4O_7 = E \cdot C_N \cdot V/1000 = E \cdot N \cdot V/1000 = 190,63 \cdot 0,1 \times$
$\times\ 250/1000 = 4,77g.$

Býuksyň massasy $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ bilen bilelikde 25,03642g

Býuksyň massasy $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ maddasyz – 20,5932g.

1) boş.
2) duzly
3) duzuny aýryp ýene-de boşuny çekýärler, $Na_2B_4O_7 \times$ $\times\ 10H_2O$ (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. Ergininiň titri we normallygy hasaplananda şu formulalar peýdalanylýar:

$$T\ (Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O) = m/V = 4,7710/250 = 0,01908\ (g/ml)$$

$$N_{duz} = T \cdot 1000/E = 0,01908 \cdot 1000/190,63 = 0,1004\ (g\text{-}ekw/1).$$

ç) natriý tetraboraty boýunça pipetkalama usuly arkaly duz kislotasynyň ergininiň titrini kesgitlemek.

25 ml arassa pipetkany alýarlar, ony natriý tetraboratynyň (ölçeg kolbadan) ergini bilen çaýkaýarlar. Pipet kany bellige çenli ergin bilen doldurýarlar we titrlemek üçin 250 ml kolba geçirýärler, 2-3 damja metil mämişi indikatoryny goşýarlar. Býuretkany titrlemeden öň 2 gezek duz kislotasynyň azyrak mukdary bilen ýuwýarlar 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 gelýänini 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

$V_{ort} = 24,76 + 24,80 + 24,78/3 = 24,78$ ml.

Titrlemeden soňra duz kislotasynyň normallygy hasaplanylýar:

$N_{duz} \cdot V_{duz} = N_{kis} \cdot V_{kis}$

$N_{kis} = N_{duz}\ V_{duz}/V_{kis} = 0,1013$ (g-ekw/l)

**Natriý gidroksidiniň erginini taýýarlamak we goýulygy takyk hasaplanan HCl bilen NaOH-nyň konsentrasiýasyny titrleme usuly arkaly takyklamaly, ýagny hasaplamaly (N,T,m)**

Indikator.
Krezol gyzyl
1) ergin mele sary pH = 7.2 - 8.8

tetraborat + ind = melewşe + HCI
titrlendi = sary

2) ergin gyzyl tetraborat + ind = sary + HCI
titrlendi = melewşe.

Neýtrallaşma usulynda işçi ergin hökmünde NaOH ýada 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 hasaplanyşy ýaly hasaplanylýar.

ENaOH = 40,00:1=40,00

NaOH ýa-da KOH tehniki terezide çekip alynýar. Ol hasaplanylanyndan 50% köp bolmaly. Çekilip alnan mukdary stakana salyp, derrew 1-2 gezek distillirlenen suw bilen çaýkap (suwa çekip) suwy çalt dökýärler. Stakanda galan bölekleri suwuň azajyk mukdarynda eredip, guýgujyň kömegi bilen ergini saklajak gabyňyza geçirmeli we doly gerek göwrüme çenli gaýnadylyp sowadylan distillirlenen suw bilen doldurmaly.

Titrleme usuly bize belli sebäbi öňünde HCI-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 kesgitlenişi**

NaOH we KOH erginleri howadan $CO_2$-ni siňdirip karbonatlara öwrülýärler.

$$2NaOH + CO_2 = Na_2CO_3 + H_2O.$$

Şonuň üçin gaty halda-da şol reagentiň erginleri-de karbonatlaryň garyndysy bilen hapalanan ýagdaýdadyr. Tejribehana amalyýetinde natriý karbonatynyň kesgitlenişi köplenç NaOH-yň gatnaşmagynda geçirilýär. Bu işi geçirmek üçin iki usul ulanylýar: 1. fraksiýa ýa-da Uorderiň usuly (iki sany ekwiwalent nokatlary titrleme ergisinde bellemek), 2. NaOH titrlemeden öň NaOH bilen $Na_2CO_3$-i $Ba^{2+}$ kationy bilen çökdürmek (Winkleriň usuly). Birinji usul boýunça aşakdaky görnüşi alýarlar:

$$NaOH + Na_2CO_3 + 2HCI = 2NaCI + NaHCO_3 + H_2O$$

$NaHCO_3 + HCI = NaCI + H_2O + CO_2\uparrow$.

Birinji faza fenolftalein indikatorynyň reňkini üýtgedişi pH=8,31 çäginde tamamlanýar, gutaryar, ikinjisi bolsa metil mämişi indikatoryň reňkini üýtgedişi pH=3,85 çäginde tamamlanýar. Diýmek, birinji ýarymynda NaOH-yň ählisi we $Na_2CO_3$-üň bolsa ýarsyny, ikinji ýarymynda bolsa beýleki ýarysyny titrleýarler.

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, gyzyl 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 gelýänçä şol bir býuretkadaky duz kislotasy bilen titrleýärler. Titrlemäni 3-4 gezek gaýtalap, edil öňki ýaly iň amatly sanlaryň ortaça bahalary alynýar.

Hasaplama:

a) fenolftalein bilen titrleme:

1-nji titrleme ----------23,28 ml HCI

2-nji ----------23,22 -----

3 ----------23,20 -----

4 ----------23,21ml HCI

$V_{or}$ = (23,22 + 23,20 + 23,21)/3 = 23,21 ml HCl

b) metil mämişi bilen titrleme

1-nji titrleme ----------24,98ml

2-nji ----------24,82

3----------24,80

4----------24,78

$V_{or}$ = (24,82 + 24,80 + 24,78)/3 =24,80 ml HCl harçlandy.

Diýmek, NaOH we $Na_2CO_3$-üň ýarysynyň titrlenmegi üçin 23,21 ml HCI 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 . 2) 3,18 ml (V)

NaOH -yň titrlenmegi üçin ----------24,80-3,18=21,62 ml

HCI (V') harçlanan.

Şondan soň hasaplamany iki görnüşde geçirip bolýar: gözlenýän maddanyň titri ýa-da normallygy boýunça hasaplanylýar. NaOH-yň we HCl-iň baglylykdaky titri

$T_{HCl/NaOH} = N_{HCI} \cdot E_{NaOH}/1000$

mNaOH = $T_{HCI/NaOH} \cdot V'_{HCI}$ 250/25, bu ýerde V' =21,62 ml

$T_{HCI_2/Na_2CO_3} = N_{HCI} \cdot E\ Na_2CO_3/1000.$

Göwrümi belli kolbadaky natriý gidroksidini kesgitleýäris:

$$\text{I. } T_{HCl/NaOH} = \frac{N \cdot (HCl)э_{NaOH}}{1000} = \frac{0{,}1013 \cdot 40{,}00}{1000} =$$

= 0,004052(g/mo1)

2. $\mathbf{m}_{NaOH} = T_{HCl/NaOH}$ V'HCl V' = 21,62 ml.

$$\text{3. } T_{HCl/Na_2OH_3} = \frac{N \cdot (HCl)\ э_{Na_2CO_3}}{1000}$$

Hasaplamany normallygyň üsti bilen başgaça geçirmek bolýar:

$$N \cdot (HCl) \cdot V(HCl) = N \cdot (NaOH) \cdot V_{NaOH}; \quad I$$

$$N \cdot (NaOH) = \frac{N \cdot HCl \cdot V_{HCl}}{V_{NaOH}} \quad II$$

$$T_{NaOH} = \frac{N(NaOH) \cdot э_{NaOH}}{1000}; \quad III$$

4. $m_{Na_2CO_3} = T_{HCl/Na_2OH_3} \cdot V_{HCl} = \frac{250}{25}$, bu ýerde V” = 3,18 ml formulalara bahalary goýup alýarys:

$$m_{NaOH} = \frac{0{,}1022 \cdot 40{,}00 \cdot 21{,}62 \cdot 250}{25 \cdot 1000} = 0{,}8839g;$$

$$m_{NaOH} = \frac{0{,}1022 \cdot 53{,}00 \cdot 3{,}18 \cdot 250}{25 \cdot 1000} = 0{,}1723g;$$

$$II.\ N \cdot (NaOH) = \frac{N \cdot NCl \cdot V_{HCl}}{V_{NaOH}};$$

$$N \cdot (NaOH) = \frac{0{,}1022 \cdot 21{,}62}{25{,}00} = 0{,}08838(g\text{-}ekw/l),$$

250 ml erginde saklanylýan natriý gidroksidiniň gram mukdaryny hasaplaýarys:

$$m = \frac{0{,}08838 \cdot 40{,}00 \cdot 250}{1000} = 0{,}8839g.$$

Natriý karbonatynyň normallygy we mukdaryny hem ýokarda görkezilişi ýaly hasaplaýarlar.

$$N \cdot (Na_2CO_3) = \frac{0{,}1022 \cdot 3{,}18}{25{,}00} = 0{,}01299(g - ekw/l);$$

$$m = \frac{0{,}01299 \cdot 53{,}00 \cdot 250}{1000} = 0{,}1721g;$$

Göterimde aňladyp alarys:

1,0562 ——— 100%

0,08838 ——— *X*%

$$X = \frac{0{,}8838 \cdot 100}{1{,}0562} = 83{,}66\%;$$

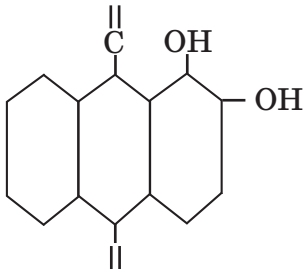
NaOH = 83,66 % iň

$$X = \frac{0{,}1721 \cdot 100}{1{,}0562} = 16{,}34\%.$$

Uorderiň usulyny diňe natri karbona mukdary az bolan ýagdaýynda ulanmak mümkindir. Natri karbona natriý bilen natri gidroksidiniň gatnaşygy 1:3 – den uly bolup bilmez.

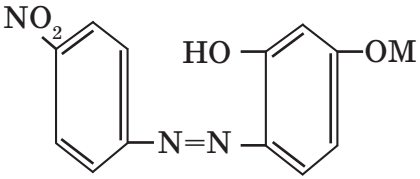
**Ionlary açmak üçin ýörite reaktiwler**

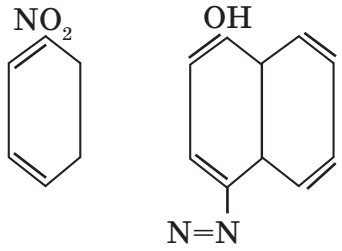
| Atlandyrylyşy | Taýýarlanylyşy |
|---|---|

| | |
|---|---|
| Alizarin gyzyl (alizarin-natriý sulfanaty)  | 0,1%-li suwly ergin ýa-da 96%-li spirtde doýgun ergin |
| C<br>O<br>$C_{14}H_5O_2(OH)_2SO_3Ha$ | |
| Alýuminon $C_{22}H_{11}O_9(NH_4)_3$ | 500 ml suwda 0,5 g alýuminony eretmeli. |
| Ammoniý tetrarodano (II) merkuraty $(NH_4)_2$ $[Hg(CNS)_4]$ | 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 $C_6H_5NH_2$ * * 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) $C_4H_8N_2O_2$<br>$CH_3$<br>$C = N\text{-}OH$<br>$C = N\text{-}OH$<br>$CH_3$ | 1 gr dimetilglioksimi 100 ml 96%-li spirtiň ergininde ýa-da 100 ml ammiak ergininde eretmeli |
| Ditizon $SC(N_2HC_6H_5)_2$<br>$NH\text{-}NH\text{-}C_6H_5$<br>$S = C$<br>$N = N\text{-}C_6H_5$ | 0,01 gr ditizony 100 ml $CCl_4$ (ýa-da $CHCl_3$) ergininde eretmeli we garamtyl reňkli gapda saklamaly |
| Difenilkarbazid<br>$NH\text{-}NH\text{-}C_6H_5$<br>$O{=}C$<br>$NH\text{-}NH\text{-}C_6H_5$ | 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 gyzdyrmak arkaly 1: l suwda eretmeli, 5 min gaýnatmaly, sowatmaly, 35 ml 6N KOH erginini goş 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, garyşdyryp gaýnatmaly we soňra sowatmaly |
| Magnezial garyndy $MgCl_2 + NH_4Cl + NH_4OH$ | 100 gr $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ maddasyny we 100 *gr* $NH_4Cl$-y suwda eretmeli, 50 ml 25 %-li ammiak erginini goşmaly we 1:1 gatnaşyga çenli suw bilen garmaly |
| Magnezial garyndy (II) $MgCl_2 + NH_4NO_3 + NH_4OH$ | 130 *gr* magniý nitratyny we 240 *gr* ammoniý nitratyny suwda eretmeli, 70 ml 3N ammiak erginini goşmaly we 1:1 gatnaşyga çenli garmaly |
| Metil mämişini | 0,3 gr metil mämişini 500 ml suwda eretmeli (0,06%-li ergin) |
| Natriý $Na_3[Cd(NO_2)_6]$ geksanitro kobaltaty | 21 *gr* natriý nitratyny we 29 *gr* kobalt nitratyny 50 ml distillirlenen suwda eretmeli, 1 ml 80%-li uksus kislotasynyň erginini goşmaly, 48 sagat goýmaly, süzmeli, 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 gurşun kupraty $Na_2[PbCu(NO_2)_6]$ | 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 |
| $L_1$-$L^1$ – Dipiridil | 1 gr $L,L^1$ – 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 eret-meli |
| 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 kis-lotasynyň erginini 50 ml dist. suwda eretmeli we duzlar ere-ýänçä gyzdyrmaly. 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 $C_20H_{16}N_4$ | 10 gr nitrony 100 ml 5%-li uksus kis-ň ergininde eret-meli, azyrak goýup, aýna süzügüji bilen süzmeli. Gara aýnaly gapda saklamaly |
| α- Nagtilamin $C_{10}H_7NH_2$ | 0,3 gr maddany 150 *ml* 2N $CH_3$-COOH ergininde eretmeli |
| Sulfanil kislotasy $NH_4C_6H_2SO_4H$ | 0,5 gr maddany 150 ml 2N $CH_3$-COOH 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:
mNaOH = 0,1022 · 40,00 · 21,62 · 250/1000 · 25 = 0,8839 gr
$mNa_2CO_3$ = 0,1022·53,00 · 3,18 · 250/1000 · 25 = 0,1723 gr
N(NaOH) = 0,1022 · 21,62/25,00 = 0,08838 g-ekw/l;
250 ml-däki NaOH-yň gramdaky massasyny tapýarys:
m = 0,08838 · 40,00 · 250/1000 = 0,8838 gr

Edil şeýle usul bilen $Na_2CO_3$-üň normallygyny we mukdaryny tapýarys:

$N(Na_2CO_3)$ = 0,1022 · 3,18/25 = 0,1721
%-de aňlatsak
1,0562 ---------- 100%
0,08838 ---------- w
w = 83,66%
NaOH 83,66%

X = 0,1721 · 100/1,0562 = 16,34 $Na_2CO_3$ = 16,34%

Bu ýerde aýtmaly zatlaryň biri kömür kislotasy üçin dissosiasiýalaşma hemişeligini $K_1/K_2$ gatnaşygy 104-den kiçi. Diýmek, pH-yň böküşi (ekwiwalent massada) örän kiçi, şonuň üçin ýalňyşlyk paýy 10-2%. Netijäni artdyrmak üçin aşakdakylar hödürlenilýär:

1. Fenolftalein bilen titrlemäni örän seresap amala aşyrmaly. Kömür kislotasynyň emele gelip gelmezligine seretmeli

2. Howadan $CO_2$-niň sorulmagyna päsgel bermeli, munuň 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 gatnaşygy 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 edilmeýär, 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 ülşi garyşdyrylýar. Ýöne bu ergin gowşakdyr. Hrom garyndysyny galyň diwarly aýna gaplarynda agzy ýapylgy saklamalydyr. Gaplar hrom garyşygy ulanylmazdan öň suw bilen gowy ýuwulmalydyr, ulanylýan hrom bilen çaýkalan gaplar 20-30 min saklanyp, soňra suw bilen ýuwulmalydyr. Ulanylan 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 göwrüminde eredildi we ergini göwrümi kolbanyň belligine çenli ýetirdiler. NaCl erginiň titrini tapmaly.

3. Býuretkalar we pipetkalar ulanylmazdan öň şol dolduryljak erginler bilen çaýkalýar? 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 HCI kislotasyny titrlemäge 19,50 ml 0,09641 NNaOH harçlandy. HCI-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 HCI ergini gerek boldy. $T_{HCI/Ag+}$ hasaplamaly.

13. HCI-iň normallygyny kesgitlemek üçin haýsy «standart» maddalary ulanylýar?

14. 0,1734 g $Na_2CO_3$-e 20,54 ml HCI harçlanyldy. HCI-iň normallygyny tapmaly?

15. 0,2648 g tehniki sodany neýtrallaşdyrmak 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 HCI erginine 45,04 ml 0,1952n KOH goşuldy. Alnan erginiň titrini we normallygyny kesgitläň.

a) 1,5l 0,2 N ergini almak üçin näçe ml HCI(d=1,198) gerek?

Jogaby 25 ml.

b) 500 ml 0,1 N ergini almak üçin natriý tetraboratyndan (buradan) näçe mukdar almaly?

J-9,54 g.

ç) haýsy standart madda bilen $HNO_3$ ergininiň normallygyny takyklap bolar?

d) eger THCI/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 (býuretka 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 takyklamak. 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 taýýarlanylan ergin takyk konsentrasiýaly däldir. Onuň titri taýýarlanylandan 7-12 günden soň takyklanylýar. 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°C-da gyzdyrýarlar we az-azdan guýup bulap durýarlar. Soňra ergin bölegi seresaplyk bilen stakana geçirýärler we kristallara ýene-de gyzgyn suw goşýarlar. 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:

$$4KMnO_4 + 2H_2O \rightarrow 4MnO_2 + 3O_2$$

$KMnO_4$-üň ergini çalt şeýle taýýarlanylýar: 1,58 gr himiki arassa $KMnO_4$-ü 1 litr suwda eredýärler. Ergini gaýnaga çenli gyzdyrýarlar. Gyzdyrmany 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 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ bilen takyklanylýar. Şonuň ýaly-da Fe metaly hem ulanylýar. $KMnO_4$ bilen titrleme indikatorsyz geçirilýär.

$$5H_2C_2O + 2KMnO_4 + 3H_2SO_4 \rightarrow 2MnSO_4 + K_2SO_4 + 8H_2O + \\ + 10CO_2\uparrow$$

$$5H_2C_2O + 2KMnO_4 + 8H_2SO_4 \rightarrow 2MnSO_4 + 5Na_2SO_4 + \\ + 8H_2O + 10CO_2\uparrow$$

Täsirleşmäniň ikisinde-de $C_2O_4$ oksalat iony $C_2O_4^{2-}$ = $2CO_2\uparrow$ çenli okislenýär.

$$Э_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} = \frac{126,06}{2} = 63,03 \text{ g}$$

$$Э_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} = \frac{134,00}{2} = 67,00 \text{ g}$$

$KMnO^4$-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 · 0,05 · 0,25 = 0,78 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 ergininiň normallygyny hasaplamaly.

$$T = \frac{M}{V} = \text{g/ml}, \qquad N = \frac{T \cdot 1000}{Ý} = \text{g/ekw/l}.$$

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 öçmegi haýal geçýär. Emma katalizatoryň roluny ýerine ýetirýän marganesiň sulfatynyň $MnSO_4$-üň emele gelmegi bilen ol titrlenýär. Titrlemäni artykmaç goşulan damja esasynda ergininiň açyk-malina, gyzyl-melewşe reňki 1 min öçmän saklananda ergininiň gyzgynlygy 60°C-den pes bolmaly däldir. Reňk ak kagyzyň üs-

tünde gowy görünýär. 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 $H_2C_2O_4$-üň ergini bilen turşadylýar we soňuna çenli titrlenilýär. Fe(2), Fe(3)-e çenli okislenýär:

$$10FeSO_4 + 2KMnO_4 + 6H_2SO_4 \rightarrow 5Fe_2(SO_4)_3 + 2MnO +$$
$$+ K_2SO_4 + 6H_2O.$$

$KMnO_4$-üň normallygy we titrlemäge harçlanan göwrümi, analiz edilýän ergindäki demriň mukdary aňsat hasaplanylýar. Mysal üçin:

$(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$ düzümi bolan Moruň duzunyň düzümindäki demriň kesgitlenişini alýarlar.

### Kesgitlemek düzgüni

Moruň duzunyň ergininden kesgitlenen mukdaryny (250 ml göwrümli) 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 ergininiň düzümindäki Fe-iň gram mukdaryny hasaplamaly. $KMnO_4$-üň Fe-e baglylyk titrini hasaplamaly:

$$T_{KMnO_4/Fe} = \frac{N_{KMnO_4} \cdot Э_{Fe}}{1000} = \frac{0,05081 \cdot 55,85}{1000} = 0,002838.$$

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:

$$mFe\ T_{KMnO_4/Fe} \cdot V_{KMnO_4} \cdot \frac{V_{kol.Gw250ml}}{V_{pipetka\ 25ml}}$$

$$m_{Fe} = 0,002838 \cdot 23,80 \cdot 10 = 0,6754g.$$

0,1 n Moruň duzunyň ergininiň taýýarlanylyşy:

$(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$. Mol.massa 392,14. 40 grama ýakyn gögümtil ýaşyl Moruň duzunyň kristallaryny 500 ml suwda eredýärler, oňa seresaplyk bilen 100 ml dykyzlygy 1,84 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 gurşawda (sredada) kaliý permanganaty bilen täsirleşmeýärler.Turşy, gyzgyn erginde nitritler nitratlara çenli okislenýär:

$$2KMnO_4 + 5NaNO_2 + 3H_2SO_4 \rightarrow 2MnSO_4 + 5NaNO_3 +$$
$$+ 3H_2O + K_2SO_4$$

$NO_2$-niň $NO_3$-e çenli okislenmegi şeýle shemada geçýär:

$$NO_2^- + H_2O \rightarrow 2e^-\ NO_3^- + 2H$$

Turşadylan natriý nitratynyň ergini kaliý permanganaty bilen haýal titrlenende pes netije alynýar, sebäbi nitritler kislotalarda azot oksidini emele getirip dargaýarlar:

$$2NO_2^- + 2H^+ \rightarrow 2HNO_2 \rightarrow NO_2\uparrow + NO\uparrow + H_2O.$$

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 çenli 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 gatnaşykda gowşadylan $H_2SO_4$-üň ergininden şonça goşmaly. Ol ergini 250 ml-e çenli gowşadýarlar. Çala gyzdyrýarlar we natriý nitritiniň ergini bilen titrleýärler. Titrlemäni kaliý permanganatyň-$KMnO_4$ reňki soňky bir damjadan ýitýänçä dowam edýärler. Titrlemäni 2-3 gezek gaýtalaýarlar. Ortaça bahasyny alyp kesgitlenýän nusga ergininiň 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 ergininiň normallygy belli bolansoň, $NaNO_2$-ni normallygy kesgitlenilýär:

$$N_{NaNO_2} = \frac{V_{KMnO_4} \cdot N_{KMnO_4}}{V_{NaNO_2}}.$$

Ergininiň normallygy arkaly duzdaky nitritiň mukdary kesgitlenilýär:

$$T = \frac{N_{NaNO_2} \cdot Э_{NaNO_2}}{1000} : m_{NO_2} = T \cdot V$$ göwrümi belli bolan kolbada taýýarlanylýar.

Hasaplamany analiz edilýän maddanyň titrini ulanmak bilen hem geçirmek bolar:

$$T_{KMnO_4} / NaNO_2 = \frac{N_{KMnO_4} \cdot Э_{NaNO_2}}{1000};$$

$$m_{NaNO_2} = NaNO_2 = T_{KMnO_4} / {}_{NaNO_2} / NaNO_2 \cdot V_{KMnO_4} \cdot \frac{V_{ölçegkolba}}{V_{pipetka}}$$

$$T_{KMnO_4} / NaNO_2 = \frac{N_{KMnO_4} \cdot Э_{NaNO_2} V_{KNn04 .V olceg kolba}}{1000 \cdot V_{pipetka}}$$

**Dihromatometriýa usuly arkaly Fe(II)-niň kesgitlenişi**

Fe(II)-niň dihromatrometriki usul arkaly kesgitlenişi aşakdaky täsirleşme arkaly geçýär:

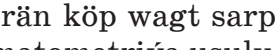
$$6Fe^{2+} + Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ \rightarrow 6Fe^{3+} + Cr^{3+} + 7H_2O.$$

Erginiň düzümindäki göni titrleme usuly bilen difenilaminiň gatnaşmagynda kaliý dihromatynyň standart ergini bilen kesgitlemek:

$$6FeSO_4 + K_2Cr_2O_7 + 7H_2SO_4 = 3Fe_2(SO_4)_3 + Cr_2(SO_4)_3 +$$
$$+ K_2SO_4 + 7H_2O.$$

Kesgitlenilýän ergine kükürt kislotasy has turşy kislota gurşawyny saklamak üçin guýulýar, sebäbi olary difenilamin wagtyndan öň okislenen görnüşine geçirmegi mümkin. Dihromatometriýanyň kömegi bilen, esasan, hem splawlardaky, şlaklardaky, magdanlardaky demriň saklanylýan mukdaryny kesgitlemek mümkin. Olar eredilende Fe (III) iona geçýär, şol sebäbi işi geçirmezden öň Fe (III) gaýtarylmalydyr. Fe (II)-ä çenli gaýtarmak bolsa metallaryň täsiri bilen amala aşyrylýar. Mysal üçin;

Sink metaly arkaly:



$$2Fe^{3+} + Zn = 2Fe^{2+} + Zn^{2+}$$

Magdanlary, splawdyr-şlaklary derňewe taýýarlamak üçin örän köp wagt sarp etmeli bolýar, şol sebäpli biz diňe dihromatometriýa usuly arkaly demri kesgitlemekde durup geçeris.

Işiň geçirilişi: göwrümi 100-200 ml kolba erginden azajyk (mugallym näçe almaly diýse) guýuň (erginde hemme demir gaýtarylan bolmalydyr, şol sebäpli Moruň duzundan alyň). Kolbanyň belgisine çenli üstüne distillirlenen suw guýuň we gowy çaýkaň, 10 ml göwrümi belli kolba guýuň, soňra üstüne 1-2 damja difenilamin damdyryň, 3 ml ortafosfor kislotasyndan guýuň we 5 ml (1:4 gatnaşykda) gowşadylan kükürt kislotasyndan guýuň . Emele gelen ergininň garyndysyny býuretka guýup, kaliý dihromatynyň standart ergini bilen titrläň. Durnukly gögümtil-syýa reňk emele gelýänçä titrlemeli. Titrlemäni 3-4 gerek gaýtalaň we ortaça bahasyny alyň. Ergininň düzümindäki Fe-iň mukdar-massasyny kesgitläň.

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 8,25/10,00 = 0,08275.

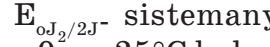
Dihromatometriýa usuly bilen titrlemekde Fe-iň gaýtaryjy ekwiwalent massasy 55,85 g/mol-a deňdir. Şonuň üçin Fe (II)-niň 0,1 N kesgitlenilýän erginde massasy:

M = N · Ý ∗ V = 0,08275 ∗ 55,85 ∗ 0,1 = 0,4624 g.

## Ýodometriýa analiz usuly

Ýodometriýa usuly diýip kesgitlenilýän maddanyň mukdaryna siňdirilen ýa-da bölünip çykýan ýodüň mukdary boýunça baha berilýän titrlemek analizi usulyna aýdylýar. Oksilendiriji hökmünde, birnäçe gaýtaryjy-

lar bilen täsirleşmä girişmäge ukyply bolan elementar erkin iod hyzmat edýär:



$$I_2 + 2e^- \leftrightarrow 2I^- \qquad (1)$$

$E_{oJ_2/2J^-}$ sistemanyň standart okislendiriji potensialy pH = 0 we 25°C bolanda 0,54B-deň. Şonuň üçin okislendiriji potensiýaly şu ululykdan pes bolan maddalar gaýtaryjylar bolýarlar we şeýlelikde ýody, «sorup», täsirleşmäni çepden saga gönükdirerler (ugrukdyrarlar). Şeýle maddalara, mysal üçin kükürdiň (IV) oksidi $SO_2$, natriý tiosulfaty $Na_2S_2O_3$, alýuminiý oksidi $Al_2O_3$, galaýy (II) hloridi $SnCl_2$ we başgalar degişlidirler. Okislendiriji potensialy 0,54B-dan ýokary bolan maddalar, I-ýod ionyna degişlilikde okislendirijiler bolarlar we täsirleşmäni erkin ýoduň önümi çykýan tarapyna (ugruna) gönükdirerler (ugrukdyrarlar):

$$2I^- - 2e \leftrightarrow I_2. \qquad (2)$$

Şeýle maddalara, mysal üçin kaliý permanganaty $KMnO_4$, kaliý dihromaty $K_2Cr_2O_7$, 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 şuňa meňzeş kesgitlemeler geçirilende yzyna gaýdýan täsirleşmeleri hakykatda yzyna gaýtmaýan görnüşe geçirilen ýagdaýynda, ýagny olaryň gerekli tarapa soňuna çenli gider ýaly edilen ýagdaýynda mümkindigini göz öňünde tutmak gerek.

Ýokary okislendiriji potensialy bolan okislendirijiler we pes okislendiriji potensialy bolan gaýtaryjylar kesgitlenilende (1) we (2) täsirleşmelerde hakykatdan soňuna çenli ýetilýär. $I_2/2I^-$ sistemanyň - ulgamyň potensialyna ýakyn, okislendiriji potensialy bolan «gowşak» gaýtaryjylaryň we «gowşak okislendirijileriň» täsirleşmeleri öwrülişiklidirler. (1) täsirleşmede ýodid-ionlarynyň emele gelýän tarapyna

reaksiýanyň has doly geçmegi üçin, ony ýoduň artyk bolmagynda, gowşak gurşawda geçirmek we ýodidleriň artykmaç bolmagyndan saklanmak zerurdyr.

PH> 8 bolan ýagdaýynda: täsirleşme geçýär.

Erkin ýoda garanyňda has ýokary okislendiriji potensially gipoiodid emele gelýär. Diýmek aşgar gurşawynda 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 turşy gurşawda 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 kesgitläp bolýar. Bu kesgitleme, I ionlarynyň iodat ionlary-$IO_3^-$ bilen okislenmegi diňe turşy gurşawda bolup geçýär we ol erkin kislota ýitenden soň kesilýär:

$$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ \rightarrow 3I_2 + 3H_2O.$$

Bölünip çykan erkin ýoduň mukdary ergindäki kislotanyň mukdaryna ekwiwalent (deň derejeli) bolýar. Ýodometriki kesgitlemek usuly birnäçe görnüşden durýar, göni we tersine titrleme usullary. Bölünip çykýan erkin ýoduň mukdaryny, ony natriniň tiosulfaty $Na_2S_2O_3$ bilen titrläp kesgitleýärler:

$$\begin{array}{c} I_2 + e^- \rightarrow 2I^- \\ 2S_2O_3^{2-} - 2e^- \rightarrow S_4O_6^{2-} \\ \hline I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-} \end{array}.$$

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 bölejikleri bilen ýoduň adsorbsiýalaýyn birleşmesiniň emele gelmegi arkaly bolýar diýip düşündirilýär. Temperaturanyň ýokarlanmagy bilen ýoduň krahmal bilen birleşmesi dargaýar we ergininiň 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 ergininiň 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 çalşyrma usuly ulanylýar: eger okislendiriji ergine kaliý iodid ergininiň 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 çalýarlar 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.

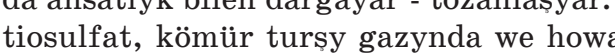
## Natriý tiosulfatynyň işçi erginini taýýarlamak we onuň titrini kesgitlemek

**Natriý tiosulfatynyň işçi erginini taýýarlamak.** Krahmalyň erkin ýoda bolan ýokary duýgurlygyny göz öňünde 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 edýändigi, şonlukda tetrasianat-iona öwrülip, iki elektrony berändigi şu täsirleşmeden gelip çykýar. Şeýlelikde, $Э_{Na_2S_3O_3 \cdot 5H_2O}$ = 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 titrlenen erginini taýýarlamak mümkin däl, sebäbi bu duz howada aňsatlyk bilen dargaýar - tozanlaşýar. Suwly erginlerde, tiosulfat, kömür turşy gazynda we howanyň kislorodynda dargaýar.

$$Na_2S_2O_3 + CO_2 + H_2O \rightarrow NaHCO_3 + NaHSO_3 + S\downarrow$$



$$2Na_2S_2O_3 + O_2 \rightarrow 2NaSO_4 + 2S\downarrow.$$

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. Titrlemezden 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-görnüşli turbajykly dyky bilen ýapylgy kolbada suwy sowadýarlar. Tehniki terezilerde natriniň tiosulfatynyň $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, takmynan, çekimini alýarlar we ony gaýnadylyp sowadylan distillirlenen suwda eredýärler. Ergine 0,2 g natriý karbonatyny $Na_2CO_3$ ergininiň her bir litrine goşýarlar. Ergini garaňky, pugta ýapylan gapda saklaýarlar.

Natriý tiosulfatynyň ergininiň titrini, adatça, öňden 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 kristallaşdyrmak arkaly aňsat alyp bolýar. Onuň düzüminde kristallaşdyryjy suw ýok. Kaliý dihromatynyň erginleri örän durnukly. Kaliý dihromaty – güýçli okislendiriji ($E_{OCr_2O_7^{2-}/Cr^{3+}} = 1,36$ w, haçanda pH>7). Natriý tiosulfaty bilen gös-göni okislendirijileri titrlemek (we tersine), özünden döreýän täsirleşmeleriň emele gelmegi we ekwiwalent nokady kesgitlemegiň çylşyrymlylygy sebäpli amala aşyrylmaýar. Kaliý dihromaty boýunça natriý tiosulfaty kesgitlenilende orunbasarly çalşyrma 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 çykaryýandygy bilen düşündirilýär. Bölünip çykan ýody natriý tiosulfaty bilen titrleýärler:

$$\begin{array}{l|l} 1 & Cr_2O_7^{2-} + 6e^- + 14H^+ \rightarrow 2Cr^{3+} + 7H_2O \\ 2 & 2I^- - 2e^- \rightarrow I_2 \end{array}$$

$$Cr_2O_7^{2-} + 6e^- + 14H^+ \rightarrow 2Cr^{3+}\ 3I_2 + 7H_2O$$

$$K_2Cr_2O_7 + 6KI + 7H_2SO_4 \rightarrow Cr_2(SO_4)_3 + 3I_2 + 4K_2SO_4 + 7H_2O.$$

Eger-de biz 0,05 N ýakyn natriý tiosulfatynyň erginini taýýarlasak, onda kaliý dihromatynyň erginini hem, takmynan, şol konsentrasiýada taýýarlamaly.

$$\text{Teoretiki çekim } K_2Cr_2O_7 = \frac{49 \cdot 0{,}05}{4} = 0{,}6 \text{ g}$$

$$Э\ K_2Cr_2O_7 = \frac{294{,}21}{6} = 49{,}04 \text{ g}.$$

Kaliý dihromatynyň $K_2Cr_2O_7$ 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.

Titrlemegi şeýle görnüşde geçirýärler. Konus görnüşli kolba, kaliý dihromatynyň – $K_2Cr_2O_7$ 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 $K_2Cr_2O_7$ 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 gosýarlar we taýýarlanylan, 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 öwüşgini ýitip gidýänçä we ýaşyl öwüsgini görünýänçä titrlemäni dowam edýärler.

**Ýoduň erginini taýýarlamak we titrini kesgitlemek.**

Takmynan, 0,1 N ý od 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. Şoňra ölçenilen ýoduň mukdaryny – (12,7 g) goşýarlar we ol eränden soňra bellige çenli suw bilen doldurýarlar. Alnan ergini natriý tiosulfatynyň ergini bilen titrleýärler. Ergin açyk-sary reňke öwrülende 2-3 ml krahmal goşýarlar. Erginiň gök reňki doly ýitenden soňra titrlemäni tamamlaýarlar. Wagtyň geçmegi bilen ýagtylygyň täsir etmegi we ýoduň uçmagy netijesinde ýod ergininiň titriniň üýtgäp bilýändigini göz öňünde tutmak gerek. Şonuň 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:

$$2Cu^{2+} + 4I^{-} \leftrightarrow 2CuI + I_2$$

$$2CuSO_4 + 4KI^{-} \leftrightarrow 2CuI + 2K_2SO_4 + I_2.$$

Şu täsirleşme öwrülişikli bolany sebäpli, onuň hakykatda doly çepden saga geçmegi üçin I ionlaryň konsentrasiýasyny köpeltmeli. Täsirleşmäni gowşak tursy gurşawda geçirýärler, sebäbi güýçli aşgar gurşawda täsirleşme örän haýal geçýär, misiň duzlarynyň gidrolizi we ýoduň öz-özün-

den dikelmegi we gaýtarylmagy bellenilýär, güýçli turşy gurşawda iodid-ionlar howanyň kislorody bilen okislenýärler. Konus görnüşli kolba pipetka bilen öwrenilýän erginden 25 ml alýarlar, oňa kükürt kislotasynyň ($H_2SO_4$) 4N ergininden 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 tamamlaýarlar.

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 çykan 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) şuňa deň bolar:

$$N_{CuSO_4 \cdot 5H_2O} = \frac{0{,}1015 \cdot 24{,}1}{25} = 0{,}09783(g - ekw/l).$$

250 ml mis kuporosyň ergininde ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$ çekiminde)

$$m = \frac{63{,}54 \cdot 0{,}09783}{1000} = 1{,}5530 \text{ g Cu bar.}$$

ýa-da %-de

$$\begin{array}{l} 6{,}2508 g CuSO_4 \cdot 5H_2O - 100\% \\ 1{,}5530 gCu \end{array} \quad \text{düzýär } x = \frac{1{,}5530 \cdot 100}{1000} =$$

$$= \frac{155{,}3}{6{,}2508} = 24{,}84\%.$$

- x% düzýär

**Agardyjy hekdäki «aktiw» hlory kesgitlemek.** Agardyjy hek diýip kalsiý hloridiniň $CaCl_2$ we kalsiý gipohloridiniň $Ca(OCI)_2$ duzlarynyň garyndysyna aýdylýar. Adatça, ony $CaOCl_2$ formula bilen aňladýarlar. Hlorly heke kislota täsir edilende «aktiw» hlorynyň bölünip çykmasy bolup geçýär:

$$CaOCl_2 + H_2SO_4 \rightarrow CaSO_4 + Cl_2 + H_2O.$$

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:

$$Cl_2 + 2I^- \rightarrow 2Cl^- + I_2.$$

Bölünip çykan ýody natriý tiosulfaty bilen titrleýärler.

Agardyjy hekiň takyk çekimini (2-3 g çemesi) alýarlar, daşly soka (sokujyga) geçirýärler we ony suw bilen oňat garýarlar. Garyndyny 250 ml ölçeg kolba mukdar taýdan doly (ýitgisiz) geçirýärler. Kolbadaky suwuklygyň göwrümini bellige çenli ýetirýärler we pugta (ykjam) garyşdyrýarlar. 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 çykan ýody natriý tiosulfaty bilen titrleýärler.

Goý, 250 ml kolbada eredilen we turşy gurşawda kaliý ýodidi bilen işlenilen 1,2116 g mukdardaky agardyjy hekiň çekimi alyndy diýip çak edeliň. Taýýarlanylan ergininiň 25 *ml-i* alyndy we bölünip çykan ýody titrlemek üçin natriý tiosulfatynyň 0,1036 N ergininden 23,50 *ml* harçlanyldy. Ilki bilen hlor boýunça natriý tiosulfatynyň titrini tapýarlar:

$$T_{Na_2S_2O_3} = \frac{0{,}1036 \cdot 35{,}45}{1000} = 0{,}003672\ g/ml.$$

Diýmek, 1 *ml* natriý tiosulfatynyň ergini 0,003672 *g* hlora deň:

$$m(Cl) = T_{Na_2S_2O_3/Cl} \cdot V_{Na_2S_2O_3} = \frac{250}{25} = 0{,}003672 \cdot 23{,}50 \cdot$$
$$\cdot 50 \cdot 10 = 0{,}8629(g).$$

**Dikeldijileri kesgitlemek**

**Tehniki natriý sulfidindäki $N_{a2}S$-iň mukdaryny kesgitlemek.**

Ýodometriki usul bilen sulfid-ionlaryň kesgitlenilişi olaryň ýod bilen erkin kükürde çenli okislenmegine esaslanan:

$$S^{2-} - 2e \rightarrow S^{\circ}$$
$$I_2^0 + 2e \rightarrow 2I^-$$
$$S^{2-} + I_2 \rightarrow 2NaI + S^{\circ}$$
$$Na_2S + I_2 \rightarrow 2NaI + S^{\circ}$$

$S^{2-}$-ionlar örän güýçli dikeldijiler bolanlygy sebäpli ($E_{O\ S^{2-}/S^0} = -0{,}48$ w), täsirleşme çepden saga hakykatdan soňuna çenli geçýär.

Titrlemegi turşy gurşawda geçirmek zerurdyr, sebäbi gowşak aşgarly gurşawda $S^{2-}$ ionyň $SO_4^{2-}$ iona çenli bölekleýin okislenmegi bolup geçýär:

$$S^{2-} + 4I_2 + 4H_2O \rightarrow SO_4^{2-} + 8H^+ + 8I^-.$$

Titrlemegi göni we ters usul bilen geçirmek mümkin. Owradylan natriý sulfidiniň takyk çekimini (1 g çemesi) alýarlar, ony 250 ml ölçeg kolbada eredýärler. Titrlemek üçin pipetka bilen alnan ergininiň 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 mukdarda natriý sulfidiniň çekimi alyndy diýip çak edeliň. 25 ml öwrenilýän ergininiň üstüne 0,1011 N ýod ergininiň 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 harçlanypdyr. Natriý sulfidiniň ergininiň normallygy (kadalylygy) aşakdaka deň bolar:

$$N_{Na_2S} = \frac{0{,}1011 \cdot 14{,}95}{25} = 0{,}06046(\text{g-ekw/litr}).$$

250 ml natriý sulfidiniň ergininde ($Na_2S$ çekiminde):

$$\frac{39{,}03 \cdot 0{,}6046 \cdot 250}{1000} = 0{,}5888 \text{ g } Na_2S;$$

$$\frac{0{,}5888 \cdot 100}{0{,}9282} = 63{,}45(\%).$$

Şeýlelikde, barlanylýan maddadaky natriý sulfidiniň ($Na_2S$) mukdary 63,45%.

## 10.3 Kompleks emele gelmegi bilen geçýän täsirleşmeleri titrlemek

Kompleksometriýa titrlemek 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 işçi-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:

$$2KCN + AgNO_3 = K[Ag(CN)_2]^- + NO_3^-$$

$$2CN^- + Ag^+ = [Ag(CN)_2]^-.$$

Titrlemegiň ekwiwalentlik nokadynda, sianid ionlarynyň hemmesi kompleks bilen birleşse, kümüş nitratynyň iň soňky damjasy kompleks iony bilen eremeýän birleşme emele getirýär:

$$[Ag(CN)_2] + AgNO_3 = Ag[Ag(CH)_2] \downarrow + KNO_3$$

ýa-da molekulýar görnüşinde

$$K[Ag(CN)_2] + AgNO_3 = Ag[Ag(CH)_2] \downarrow + KNO_3.$$

Ak çöküdiniň emele gelmegi ekwiwalent nokadyna ýetilendigini görkezýär. Öňler bu usul giňden ulanylmaýardy, sebäbi kompleks birleşme basgançak boýunça emele gelýär,

şoňa görä-de, şunuň bilen baglanyşykly stehiometrik koeffisiýentli täsirleşmäniň bolmazlygy mümkin, ýagny mukdar tarapdan kompleks emele getiriji bilen ligandyň (L) arasyndaky gatnaşygyň dürli bolmagy mümkin. Bu bolsa şu usulyň kemçiligidir.

$$\frac{\begin{array}{c}Me + L - MeI\\ Me + L - MeL_2\end{array}}{}.$$

Emma 1945-nji ýylda Şweýsar himigi Gerold Şwarsenbah tarapyndan titrlemek üçin standart ergin hökmünde poliaminokarbon kislotalaryny we olaryň önümlerini «kompleksonlary» hödürlemegi bu ýagdaýy üzül-kesil üýtgetdi. Şonuň üçin bu usul kompleksometriýa ýa-da helatometriýa ady bilen titrlemek usulynda giňden ulanylyp başlanyldy.

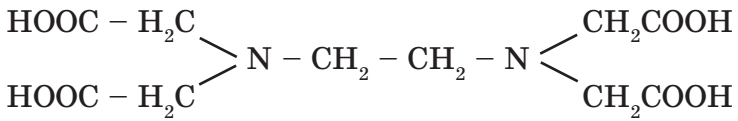
Kompleksonlar organiki birleşme bolup poliaminokarbon kislotalarynyň wekilidir, olaryň iň ýönekeý wekili iminodiuksus kislotasydyr:

$$H - N \begin{array}{l} \diagup CH_2COOH \\ \diagdown CH_2COOH. \end{array}$$

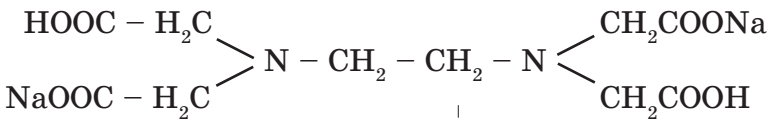
Esasan hem şu aşakdaky kompleksonlar giňden ýaýrandyrlar. Komplekson-1 nitriltriuksus kislotasy:

$$HOOC - H_2C - N \begin{array}{l} \diagup CH_2COOH \\ \diagdown CH_2COOH \end{array}.$$

Komplekson II – etilendiamintetrauksus kislotasy:



Komplekson III (Trilon B) – etilendiamintetrauksus kislotasynyň iki natriý duzy (EDTA) has-da giňden ulanylýandyr:



gysgaldylan görnüşde şeýle ýazylýar: $Na_2H_2Tr$ ýa-da $Na_2[H_2Tr]$. Bu birleşmäni **trilon B** diýip hem atlandyrýarlar.

EDTA dört protonly $Na_2[H_2Tr]$ gowşak kislotanyň häsiýetini ýüze çykarýar:

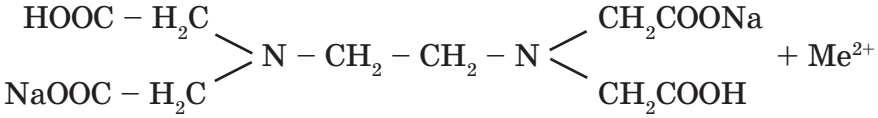
$K_1 = 1{,}0 \cdot 10^{-2}$; $K_2 = 2{,}1 \cdot 10^{-3}$; $K_3 = 6{,}9 \cdot 10^{-7}$; $K_4 = 5{,}5 \cdot 10^{-11}$.

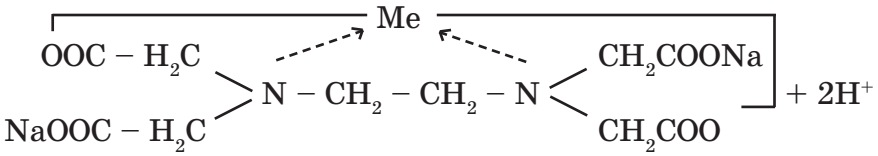
Güýçli turşy gurşawynda pH=1…3 bir ýa-da iki azotyň wodorod bilen birleşmegi esasynda kation kislotalarynyň $H_6Tr^{2+}$ we $H_5Tr^{+}$ emele gelmegi mümkindir. Olaryň hemişelikleri $2{,}5 \cdot 10^{-2}$ we $1{,}3 \cdot 10^{-1}$-e deňdir. Erginiň turşulygyna baglylykda ligandyň az ýa-da köp derejede 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 –COOH başga-da üçünji aminotoparyny –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 duzlaryny emele getirýär. EDTA özüniň düzüminde 6 funksional toparyny saklaýar. Şolaryň dördüsi karboksil we ikisi hem aminotoparlardyr. Şoňa görä-de, berk içki kompleks duzlar emele gelýändir. Bu duzlaryň emele gelmegi üçin karboksil toparyň düzümindäki wodorod atomynyň ornuny metal tutýar we şol 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:

$Ca^{2+} + Na_2[H_2Tr] = Na_2[CaTr] + 2H^+$

bu ýerde $[H_2Tr]^{2-}$ trilon B anionydyr.

Metallaryň ionlary dürli okislenme derejesine garamazdan trilon B bilen titrlenende şeýle täsirleşmeleri beröärler:

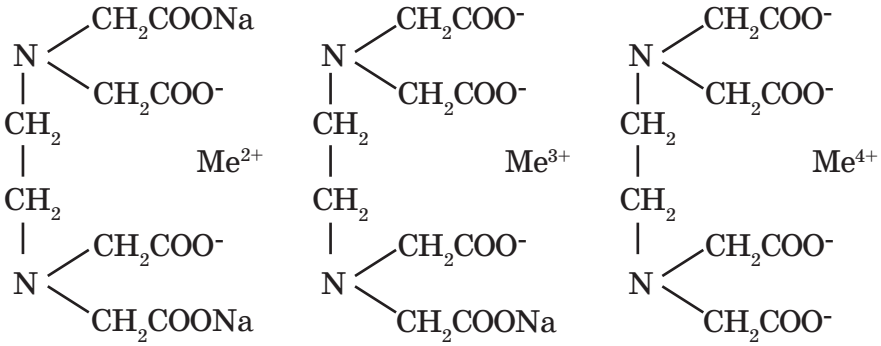
$Me^{2+} + H_2Tr^{2-} \rightarrow MeTr^{2-} + 2H^+$

$Me^{3+} + H_2Tr^{-} \rightarrow MeTr^{2+} + 2H^+$

$Me^{4+} + H_2Tr^{2-} \rightarrow MeTr^{2+} + 2H^+$.

Şu täsirleşmelerden görnüşi ýaly dürli okislenme derejeli kationlar bilen trilon B-niň diňe bir molekulasy reaksiýa girýär. Olaryň birleşme gatnaşyklary, 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 özleriniň 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. Bulardan 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 hloridiň ýa-da magniý sulfatyň fiksonalynda taýýarlanylan erginleri bilen standartlaşdyrmak bolýar. Esasan, trilon B-den dürli goýulykly standart erginlerini (0,1:0,05:0,01N) taýýarlaýarlar.

$$N_{Na_2[H_2Tr]} = \frac{Mr_{Na_2[H_2Tr]}}{2} = \frac{372,2}{2} = 186,1.$$

Kompleks birleşmeleriň berkligine pH gurşaw täsir edýär. Meselem, $Ca^{2+}$, $Mg^{2+}$ kompleksleri diňe aşgar gurşawynda durnuklydyr. Berkiräk kompleks birleşmäni emele getirýän ionlary $Zn^{2+}$, $Pb^{2+}$ orta turşy gurşawda we $Fe^{3+}$, $Mn^{2+}$ ionlaryny güýçli turşy gurşawda titrlemek bolýar. Titrlemegiň netijesinde pH gurşawy üýtgeýär, sebäbi reaksiýanyň netijesinde $H^{+}$ iony bölünip çykýar. Şoňa görä-de reaksiýanyň deňagramlylygy tersine tarap gaýtmaz ýaly titrlemekligi 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 ilkibada kompleks anionlaryny emele getirýärler:

$$Ca^{2+} + \underset{\text{gök}}{Hind^{2-}} = \underset{\text{gyzyl çakyr reňk}}{Caind^{-}} + H^{+},\ K_{durn} = 3{,}9 \cdot 10^{-6}$$

$$Mg^{2+} + \underset{\text{gök}}{Hind^{2-}} = \underset{\text{gyzyl çakyr reňk}}{M_{gind}^{-}} + H^{+},\ K_{durn} = 1 \cdot 10^{-7}.$$

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:

$$Ca^{2+} + [H_2Tr]^{2-} + 2OH^{-} = [CaTr]^{2-} + 2H_2O$$

ýa-da $\underset{\text{gyzyl çakyr reňk}}{Caind^{-}} + Na_2[H_2Tr] = Na_2[CaTr] + \underset{\text{gök}}{Hind^{-}} + H^{+},\ K_{durn} = 2{,}7 \cdot 10^{-11}.$

$$\underset{\text{gyzyl çakyr reňk}}{M_{gind}^{-}} + Na_2[H_2Tr] = Na_2[MgTr] + \underset{\text{gök}}{Hind^{-}} + H^{+},\ K_{durn} = 2 \cdot 10^{-9}.$$

Bu kationlaryň indikator bilen emele getiren kompleksleriniň hemişeliklerniň 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-çakyr reňkden gök reňke öwrülýär.

Suwuň talhlygyny bu usul bilen kesgitlemäge $Cu^{2+}$, $Zn^{2+}$ we $Mn^{2+}$ ionlary päsgel beryärler. Suwa 1 $sm^3$ ~ 2 %-li

$(NH_3OH)Cl$ (hlorturşy gidroksilamin) erginini goşýarlar. Bu bolsa magniý $Mg^{2+}$ ionyny howadaky kislorod bilen okislendirmeýär.

Kompleksonometriýa titrlemek usuly topragyň düzümindäki kalsiý $Ca^{2+}$ we magniý $Mg^{2+}$ ionlary saklaýan duzlaryny kesgitlemek üçin ulanylýar. Kaliý dökünleriniň düzümindäki magnininiň 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 magnininiň 1 litr suwdaky milligram-ekwiwalent sany bilen aňladylýar. Indikator bolup, köplenç, hromogen gara ulanylýar. Ammoniý bufer garyndysyny pH=10 bolýança goşýarlar we Trilon B ergini bilen titrleýärler:

$$Ca^{2+} + Hind^{2-} \rightarrow Caind^{-} + H^{+}$$

$$Mg^{2+} + Hind^{-2-} \rightarrow Mgind^{-} + H^{+}$$

$$K_{d\text{-}syz}\ CaInd^{-} = 3{,}9 \cdot 10^{-6}$$

$$K_{d\text{-}syz}\ \text{we}\ [CaTr]^{2-} = 2{,}7 \cdot 10^{-11}$$

$$K_{d\text{-}syz}\ MgInd = 1 \cdot 10^{-7}$$

$$K_{d\text{-}syz}\ \text{we}\ [MgTr]^{2-} = 2 \cdot 10^{-9}$$

Ca-nyň we Mg-niň Trilon B bilen durnuksyzlyk K hemişeligininiň olaryň indikatorlar bilen emele getirýän kompleksleriniden örän köp kiçidigini göz öňünde tutup, soňkularyň bozulýandygyna (dargaýandygyna) göz ýetirýäris:

$$Ca_{ind}\text{-} + Na_2[H_2Tr] \rightarrow Na_2[CaTr] + H_{ind}{}^{2}\text{-} + H^{+}$$

Goýy-gyzyl gök

$$Mg_{ind}\text{-} + Na_2[H_2Tr] \rightarrow Na[CaTr] + H_{ind}{}^{2}\text{-} + H^{+}.$$

Goýy-gyzyl gök

Erginiň gök reňke geçmegi täsirleşmäniň doly tamamlanandygyny aňladýar.

Suwuň umumy talhlygy (I) formula bilen hasaplanylýar:

$$t = \frac{N_{N_2[H_2Tr]} \cdot V_{Na_2[H_2Tr]}}{V_{H_2O}} \cdot 1000. \qquad (I)$$

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

$$t = \frac{0{,}9882 \cdot 6{,}5}{100} \cdot 1000 = 6{,}383(\text{mg-ekw/l}). \qquad (II)$$

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 kompleksonometriýa usuly bilen kesgitlemek mümkindir.

Bu usulyň düýp manysy ilki bilen $Ca^{2+}$ we $Mg^{2+}$ ionlarynyň bilelikdäki saklanýan mukdaryny kesgitlemekden ybaratdyr. Ol topragyň suwy hromogen gara indikatorynyň gatnaşmagynda Trilon B bilen titrlenilýär. Soňra diňe $Ca^{2+}$ ionynyň saklanýan mukdary kesgitlenilýär. Ol topragyň suwuny muroksid indikatorynyň gatnaşmagynda Trilon B ergini bilen titrläp tapylýar. Hasaplanyp tapylan bu iki netijeleriň (bahalaryň) tapawudy bolsa $Mg^{2+}$ ionynyň saklanýan mukdaryny görkezýär.

Toprakdan suwly ergin taýýarlamak.

Howada guradylan gury topragy sokuda owradýarlar

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. Titrleme ergininň goýy gyzyl reňki gök reňke geçen dessine tamamlanylýar. Titrleme azyndan üç gezek gaýtalanyp ortaça baha alynýar.

$Ca^{2+}$-niň we $Mg^{2+}$-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 ergininň normallygy, $V_{Na_2[Na_2Tr]}$-Trilon B işçi ergininň titrlemäge harçlanan göwrümi (ml), $V_{toprak\ suwy}$ –titrlemäge alnan topragyň suwy, suw nusgasynyň göwrümi (ml).

Kalsiniň mukdaryny hasaplamak.

Öňdäki işde hasaplanylyşy ýaly titrlemek üçin kolba 50 ml toprak suwunyň nusgasyndan salynýar we 2N NaOH ergininden 2,5 ml goşýarlar, NaCI bilen garyşdyrylan mureksid indikatoryndan 30-40 mg goşup, 0,05 N Trilon B ergini bilen titrlenip başlanylýar. Titrleme 2-3 minut wagt aralygynda öçmeýän gök-melewşe reňk peýda bolýança dowam etdirilýär.

Titrleme 2-3 gezek geçirilip, aralyk baha alynýar. Hasaplamasy öňdäki işde bolşy ýaly 100 g toprakdaky Mg-niň saklanýan mukdary hasaplanylanda onuň kalsiý bilen bilelikdäki saklanýan mukdaryndan ugur alynýar.

$$m(Mg^{2})^{+} = m(Ca^{2+} + Mg^{2+}) - m(Ca^{2+})$$

## 10.4 Çökündi emele gelmegi bilen geçýän titrleme usuly

Titrlemegiň ekwiwalent nokadyny kesgitlemek emele gelen çökündiniň häsiýetine we ekwiwalent nokadynda çökündi emele getirýän ionlaryň biriniň konsentrasiýasynyň üzül-kesil üýtgemegine esaslanandyr. Çökdürme titremek usulynda ekwiwalent nokadyny kesgitlemegiň birnäçe usullary bar. Şolaryň esasy iki usullary tablisada görkezildi.

Usulyň takyklygy analiz edilýän ionyň doly çökdürilmegine we ekwiwalent nokadynyň takyk tapylmagyna bagalydyr. Çökdürme titrleme usulynda adsorbsiýa hadysasy ýüze çykýandyr, şoňa ýol bermeli däldir, sebäbi çökündini düzýän ionlaryň özi hem sorulýar we oňa gözegçilik etmelidir.

Meselem: kaliý ýodidiniň erginine kümüş nitraty $AgNO_3$ goşulanda erginde $K^+$ kaliý, $NO_3^-$ nitrat we $J^-$ ýodid ionlaryň barlygyna garamazdan emele gelen çökündi kümüş ýodidi –Ag I esasy $J^-$-ýodid ionlaryny özüne sorýar, eger kümüş nitraty agdyklyk etse, onda kümüş –$Ag^+$ ionlary sorulyp alynýar.

Wagtyň geçmegi bilen çökündi garalýar, könelýär we ýokarky gatlagynyň özüne sorujylyk ukyby peselýär. Çökündi bilen sorulýan ionlar täsirleşmä gaty kynlyk bilen gatnaşýarlar, ol bolsa ýalňyşlyklary döredýär. Titrleme usulyndan adsorbsiýany azaltmak üçin haýal titrlemegi, ekwiwalent nokadyna ýakynlaşanda örän haýal titrlemek maslahat berilýär. Işçi ergininiň her bir damjasy goşulandan soň ergin ýeterlik garylmalydyr. Peaktiwleriň haýal goşulmagy we güýçli garylmagy (bulanmagy) ergininiň öte doýmagynyň öňüni alýar we reaktiwiň adsorbirlenen ionlar bilen täsir edişmelerini gazanýar we işçi ergininiň indiki täze damjasy goşulanda çökündiniň dargamagy gazanylýar.

## Çökdürme titrleme usullarynyň toparlara bölünişi (klassifikasiýasy)

Şu usulda ekwiwalent nokady indikatorly we indikatorsyz anyklanylýar. Indikatorlar iki topara bölünýär.

1. Reagent-indikatorlar
2. Adsorbsiýalaýyn – sorujy indikatorlar

1. **Reagent indikatorlar (kaliý hromaty).** Demir ammoniý 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 üýtgeşikdir. Reňk üýtgeşikliginden başga-da çökündiniň ereýjiligi esasy çökündiniň ereýjiliginden gaty ýokary bolmalydyr.

Meselem:

AgCl – ak çökündi, $EKH_{AgCl} = 1,1 \cdot 10^{-10}$

AgBr-sary çökündi, $EKH_{AgBr} = 7,7 \cdot 10^{-13}$

$Ag_2CrO_4$-gyzyl çökündi, $EKH = 9 \cdot 10^{-12}$.

Şu birleşmeleriň doýan erginlerinde ionlaryň konsentrasiýasy aşakdakylara deňdir:

$$[Ag^+] = [Cl^-] = \sqrt{1,1 \cdot 10^{-10}} = 1,05 \cdot 10^{-5}(g - ion/l);$$

$$[Ag^+] = [Br^-] = \sqrt{7,7 \cdot 10^{-13}} = 8,8 \cdot 10^{-7}(g - ion/l);$$

$$\frac{[Ag^+]}{2} = [Cr_2O_4^{2-}] = \sqrt[3]{9 \cdot 10^{-12}} = 2,1 \cdot 10^{-4}(g - ion/l);$$

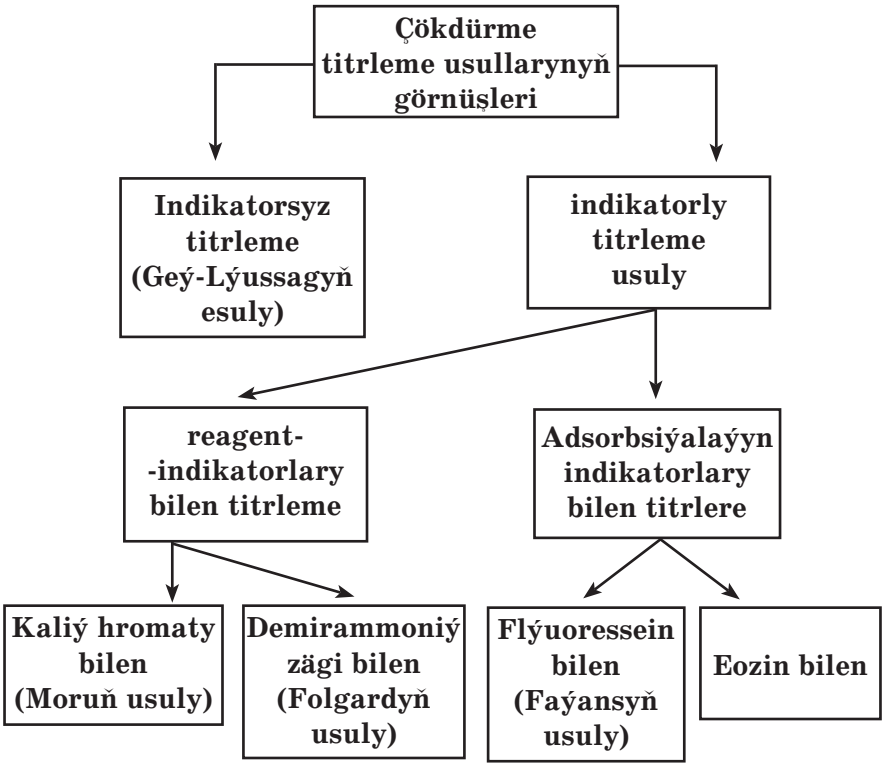
Netijede, hlorid $Cl^-$ we $[CrO^2_4]$ hromat ionlarynyň garyşygynda işçi ergin kümüş nitraty – $AgNO_3$ goşulanda ilki AgCl – kümüş hloridiniň ak çöküdisi çöker we hlorid $Cl^-$ ionlarynyň konsen-

trasiýasy $1{,}05 \cdot 10^{-5}$ g-ion/l den bolansoň, soňky kümüş nitraty $AgNO_3$ goşulan işçi ergini kümüş hromatynyň – $Ag_2CrO_4$ gyzyl çöküdisini 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:

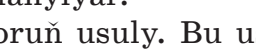


$$AgNO_3 + NaCl = AgCl \downarrow + NaNO_3.$$

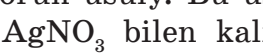
Ekwiwalent nokady işçi erginden goşulan soňky damjadan çökündiniň emele gelmegi gutarandan soň kesgitlenilýär. Ýagny soňky damja öňündäki işçi erginiň damjasynyň emele getiren çökündisi kolbanyň düýbüne çöküp, onuň ýokarsyndaky ergin durlanandan soň goşulýar. Şu usulda gaty köp wagt sarp edilýär. Ol gaty turşy 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. Titrlemäniň soňy hlorid $Cl^-$ ionlaryň hemmesi çökündä geçip, soňky damjadan gyzylymtyl-goňur çökündi bolan kümüş hromatynyň emele gelmegi bilen gutarýar.

Täsirleşmäniň himiki deňlemesi:



$$Ag^+ + Cl_- = AgCl \downarrow$$



$$2Ag^+ + CrO_4^{2-} = Ag_2CrO_4\downarrow.$$

Moruň usuly, esasan, hloridleri we bromidleri kesgitlemekde ulanylýar. Ol kümüş bilen kyn ereýän birleşmeleri emele getirýän başga ionlaryň, meselem: $PO_4^{3-}$, $AsO_4^{3-}$, $C_2O_4^{2-}$, S, şeýle hem hromat $CrO_4^{2-}$ – iony bilen kyn ereyän çökündi emele getirýän, meselem: $Ba^{2+}$, $Pb^{2+}$ we ş.m ionlar gatnaşan ýagdaýynda hem ulanylýar. Titrleme geçirilende gurşaw aram ýa-da gowşak aşgar (pH=7-10) bolmalydyr. Kislotada kümüş hromatynyň $Ag_2CrO_4$ çökündisi ereýär. Aşgar gurşawda 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 titrlenen kümüş nitratynyň $AgNO_3$ ergininden goşulýar. Kümüş nitratynyň $AgNO_3$ göwrümi we mukdary hlorid $Cl^-$ ionyny doly çökdürmek üçin hasaplanylman, ol gereginden has köp bolmalydyr. Soňra kümüs nitratynyň $AgNO_3$ artykmajyny ammoniý rodanidiniň ergini bilen titrleýärler. Titrleme turşy gurşawda demir-ammoniý zäginiň $NH_4[Fe(SO_4)_2] \cdot 12H_2O$ indikatorynyň gatnaşmagynda geçirilýär. Şonda şeýle himiki täsirleşme geçýär:

$$Ag^+ + Cl^- = AgCl$$

$$Ag^+ + SCN^- = AgSCN.$$

Folgardyň usuly turşy gurşawdaky 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 işläp, düzümindäki kümşüň 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:

Täsirleşmäniň himiki deňlemesi: $Ag^+ + Cl^- = AgCl \downarrow$.

Kümüş hloridiniň çökündisi ilki bilen erginden şol çökündä ýakyn meňzeş 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 gecýär. 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 ýalňyşlyklaryň 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. Flýuoressein turşy 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, turşy kölleriň we suwlaryň düzümi analiz edilýän giňden ulanylýar.

### Kümuş 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 geçmegi bilen üýtgeýär. Şonuň üçin hem wagtal-wagtal kümüş

nitratynyň $AgNO_3$ erginini himiki arassa natriý hloridiniň titrlenen 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:

$$m_{AgNO_3} = \frac{169,9 \cdot 205 \cdot 0,1}{1000} = 4,2475 \text{ (g) } AgNO_3.$$

Býuksyň başky agramy alnanda tehniki terezini ulanýarlar. Mukdar taýdan takyk çekilip alnan duzy NaCl - maddany guýgujyň kömegi bilen göwrümi ölçegli kolba geçirip garyşdyrýarlar we titrini tapýarlar.

Titriň kesgitlenilişine yzygiderli seredeliň.

Natriý hloridiniň NaCl 250ml 0,1N erginini taýýarlamak üçin gerek mukdaryny hasaplamaly (nazary taýdan):

$$m_{NaCl} = \frac{58,44 \cdot 0,1 \cdot 205}{1000} = 1,4612 \text{ (g) } NaCl.$$

Şundan soň natriý hloridiniň hasaplanan mukdaryna ýakyn bolan agramy almaly. Mukdar taýdan ýitgisiz ony guýgujyň kömegi bilen ölçegli kolba geçirmeli, yzygider bulaşdyrmaly we şonuň esasynda alnan nusga ergininiň 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) $N1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$

$$N_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = N_{NaCl} \cdot V_{NaCl}$$

$$N_{AgNO_3} = \frac{N_{NaCl} \cdot V_{NaCl}}{V_{AgNO_3}} = g - ekw\text{-}l;$$

$$2)\ T_{AgNO_3} = \frac{N_{AgNO_3} \cdot E_{AgNO_3}}{1000} = g/ml$$

$$\mathbf{m}_{AgNO_3} = T_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = g$$

soňra düzediş koeffisiýentini hasaplamaly:

$$K_{NaCl} = \frac{m}{V \cdot 0{,}005844}.$$

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(NaCl) = 0,005844 g/ml.

Tejribede alnan bahalary ýerine goýup tapýarys:

Alynan 20 ml natriý hloridiniň NaCl massasyny tapýarys:

250 – 1,46

20-*x*

$$x = \frac{20 \cdot 1{,}46}{250} = \frac{2{,}92}{25} = 0{,}1175\ g.$$

$$K_{AgNO_3} = \frac{0{,}1175}{0{,}005844 \cdot 19{,}1} = 1{,}0473.$$

## Ammoniý rodanidiniň erginini taýýarlamak we onuň titrini kesgitlemek

Rodanometriýa esasynda kümüş galogenidlerini kesgitlemek Folgardyň usuly boýunça şu himiki reaksiýa esaslanan:

$$AgNO_3 + NH_4SCN = AgSCN + NH_4NO_3.$$

Indikator bolup $Fe^{3+}$ demir iony hyzmat edýär we ulanylýar. Işçi ergin kümüş nitratynyň titri (T) $AgNO_3$ himiki arassa (h.ç.) natriý hloridinden taýýarlanylan 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 eredilýär, 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: ($Э_{NH_4SCN}$ = 76,15).

$$N(_{NH_4SCN}) = \frac{76,15 \cdot 250 \cdot 0,1}{1000} = 1,904(g).$$

$$m = Э \cdot V(\text{titrlemä alnan göwrüm}) \cdot N = 76,15 \cdot 250 \cdot 0,1 =$$
$$= 1,904\ (g).$$

Ammoniý rodanidiniň $NH_4SCN$ hasaplanan mukdaryny býuksda çekip alynýar. Güýguç bilen çekim bölegi kolba geçirilýär, býuksy we guýgujy suw bilen çaýkap kolba geçirilýär, kolbanyň belligine –halkasyna çenli distillirlenen suw bilen doldurylýar we bulaýarlar-çaýkaýarlar. Soňra ammoniý rodanidiniň $NH_4SCN$ titrini kümüş nitratynyň belli konsentrasiýasynyň ergini bilen kesgitleýärler. Býuretka ammoniý rodanidiniň ergininden doldurylýar. Düýbi düz kolba pipetka bilen 25 ml kümüş nitratynyň işçi (konsent-

rasiýasy belli) ergininden guýulýar, oňa 100 ml distillirlenen suw, soňra 2 damja konsentrirlenen azot kislotasyny (gidrolizi ýatyrmak üçin) we 1 ml $NH_4[Fe(SO_4)_2] \cdot 12H_2O$-dan goşulýar.

Ekwiwalent nokadyna ýakynlanda ergini̇ň reňki mämişi – gyzyl bolýar, ekwiwalent nokadynda bolsa goňur-gyzyl bolýar. Harçlanan ergini̇ň mukdary boýunça ammoniý rodanidini̇ň $NH_4SCN$ titri hasaplanylýar.

1) $N_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = N_{NH_4SCN} \cdot V_{NH_4SCN}$;

2) $N_{NH_4SCN} = \dfrac{N_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3}}{V_{NH_4SCN}}$ = g-ekw/l;

3) $Y_{NH_4SCN} = \dfrac{Э_{NH_4SCN} \cdot N_{NH_4SCN}}{1000}$ = g/ml;

Soňra ammoniý rodanidini̇ň düzediş koeffisiýentini hasaplamaly:

$$K_{NH_4SCN} = \frac{V_1 \cdot K_1}{V}.$$

Bu ýerde $V_1$-0,1 N kümüş nitratynyň ergininden titrlemek üçin alnan göwrümi (ml), $K_1$-kümüş $AgNO_3$ ergini̇ni̇ň öňdäki işde tapylan düzediş koeffisiýenti, V-ammoniý rodanidini̇ň ergininden titrlemäge harçlanan göwrümi - ml.

Temperaturanyň üýtgemegi uly bolmasa, onda $NH_4SCN$ ergini̇ni̇ň 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 taýýarlanylan 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 çaýkamaly we kolbanyň halka belgisine çenli distillirlenen suwdan doldurmaly, gowy garyşdyrmaly.

Taýýarlanylan 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 gyzyl 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:

$N_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = N_{NaNO_3} \cdot V_{NaCl}$;

2) $N_{NaCl} = \dfrac{N_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3}}{V_{NaCl}} = \dfrac{0{,}1026 \cdot 24{,}20}{25{,}00} =$

$= 0{,}09931$ – g-ekw/l;

4) $m = 0{,}003525 \cdot 250 = 0{,}88110$ (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 hasaplanylýar:

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 ($E_{NaBr}$ = 102,9 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 çaýkap 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 zäginiň ergininden $NH_4Fe\ (SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 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 aşakda görkezilen düzgün boýunça geçiriň.

Onda:

$$Na_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = N_{NH_4SCN} \cdot V_{NH_4SCN}.$$

Kümüş nitratynyň 0,1014 N ergininden 16,50 ml 0,09785 N ammoniý rodonidiniň erginini titrlemäge harçlanan göwrümini (ml) hasaplamaly.

$$0{,}1014 \cdot V_{AgNO_3} = 0{,}09785 \cdot 16{,}50$$

$$V_{AgNO_3} = 15{,}92 \text{ ml}$$

Tapylan tapawut arkaly 0,1014 N kümüş nitratynyň $Br^-$ ionyny çökdürmäge harçlanan göwrünini hasaplaýarys:

40,00 - 15,92 = 24,08 ýa-da 40,00 ml – 15,92 ml =24,08 ml;

$$N_{NaBr} = \frac{0{,}1014 \cdot 24{,}08}{25{,}00} = 0{,}09766(\text{g - ekw/l});$$

$$T = \frac{79{,}92 \cdot 0{,}09766}{1000} = 0{,}007803(\text{g/ml});$$

$$m = 0{,}007803 \cdot 250 = 1{,}950 \text{ (g)}.$$

Eger 2,571 g NaBr 1,950 g Br saklansa

100 g NaBr bolsa - x g Br saklanar

$$x = \frac{1{,}950 \cdot 100}{2{,}571} = 75{,}84(g) \quad \text{ýa-da } 75{,}84\%.$$

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 merkurometriýada işçi ergin simap (1) 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, $Hg^{2+} + 2Cl^- \rightarrow HgCl_2$. 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 konsentrasiýaly ergini taýýarlamak mümkin däldir, sebäbi duz özüne çyg, suwy sorýar. Duzuň gerek mukdary

çekilip alnýar we ondan, takmynan, konsentrasiýaly ergini bilen titrläp simap nitratynyň ergininiň konsentrasiýasy takyklanýar. Takmynan, simap (II) nitratyndan bir litr 0,1 N ergin taýýarlamak üçin 17 g töweregi simap (II) nitratyndan Hg $(NO_3)_2$ çekilip alnýar. 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 alnýar, oňa 0,3 ml 10-prosentli natriý nitropussidiň ergininden goşulýar we simabyň (II) nitratynyň ergini bilen titrlenilýär. Titrleme nitropussidiniň çökündisi emele gelende gutarylýar:

$$Hg^{2+} + [Fe(CN)_5NO]^{2-} \rightarrow Hg[Fe(CN)_5NO].$$

Difenilkarbazony taýýarlamak üçin ondan 0,1 g alnýar we 100 ml spirtde eredilýär. Ol gara agzy berk gapda saklanylýar. Her titrlemä 3-4 damjadan indikator goşulýar. Difenilkarbazon ulanylanda ergin ýitmeýän gök reňke geçen wagty titrlenme gutarylýar. Ergine indikatory titrlemäniň başynda däl-de, titrlemäniň soňunda goşmaly, çöküdiniň reňkini açaçan üýtgetmeli. Titrleme turşy 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-bäş ml demir (III) duzuň ergininden goşýarlar we ammoniý rodanidi $NH_4SCN$ bilen titrleýärler. Demir rodanidi-ergininiň 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. Taýýarlanylan 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 gowşadylan. Taýýarlanan erginiň 10,00 ml-ne 0,04672n ammoniý rodanidiniň ergininden 11,75 ml harçlanan. Splawda näçe göterim % kümüş saklanýar? Jogaby – 67,88%.

9. Natriý hloridiniň – NaCl 2,9014 gr-my 1000 ml ölçegli kolbada eredilen. Taýýarlanan erginiň 25 ml-ne kümüş nitratynyň – $AgNO_3$ ergininden 25,80 ml harçlanýar. Kümüş nitratynyň normallygyny we titrini kesgitläň? Jogaby – 0,04210 n, 0,008171.

## Kompleksonometriya göwrüm usuly

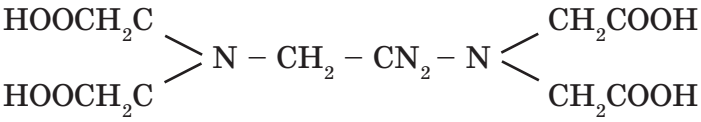
Kompleks birleşmeleriň emele gelmegi bilen geçyän titrleme usuly analiz edilýän ionlaryň käbir organiki birleşmeler bilen täsirleşmegine esaslanýar. Metallaryň ionlary yüzüniň ugruna kompleksionlar bilen täsirleşip, ereýji az dissosirleşýän, düzümi üýtgemeýän birleşme emele getirýär. Kompleksonlar – organiki birleşmeler bolup, aminopolikarbon kislotalaryň wekilidir. Şolaryň iň yönekeý wekili iminodiuksus kislotasy.

$$H - N \begin{matrix} CH_2COOH \\ CH_2COOH \end{matrix}$$ iminodiuksus kislotasy:

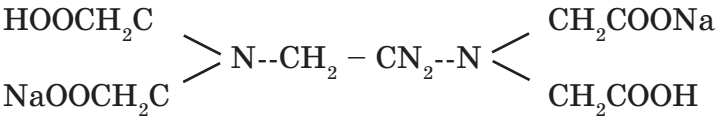
Köp ulanylýan we ýaýran kompleksonlara: komplekson I–nitrilüçuksus kislotasy:

$$HOOC - CN_2 \text{--} \begin{matrix} CH_2COOH \\ CH_2COOH \end{matrix}$$

Komplekson II: etilendiamintetrauksus kislotasy:



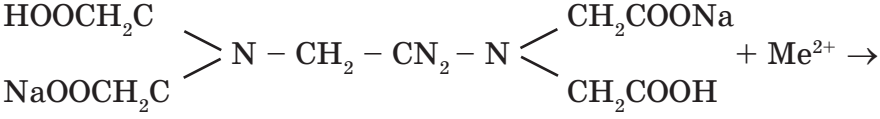

Komplekson – III (Trilon B)-etilendiamintetrauksus kislotasynyň 2-i natrili duzy.

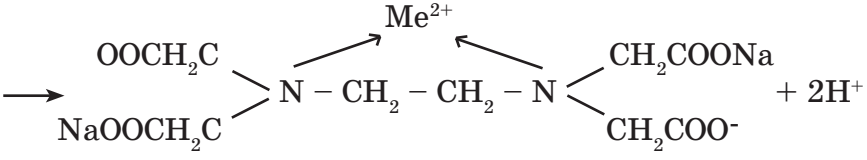



Kompleksonlaryň molekulasynda birnäçe funksional toparlar bolup, olar bir wagtyň özünde kompleksiň merkezi atomyny birnäçe koordinasiýalaýyn baglanyşyklar bilen baglanyşdyrmaga ukyplydyrlar.

Trilon B köp kationlar bilen durnukly we suwda ereýän içki kompleks duzlaryny emele getirýär. Olar karboksil toparynyň wodorod atomyny metala çalşyp, onuň ornuny tutmagy esasynda emele gelýär we kationyň aminotoparynyň azot atomy bilen täsirleşmesi bolýar.

Trilon B-niň iki zarýadly 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:

$$Me^{2+} + H_2Y^{2-} \longrightarrow MeY^{2-} + 2H^+$$

$$Me^{3+} + H_2Y^{2-} \longrightarrow MeY^{+} + 2H^+$$

$$Me^{4+} + H_2Y^{2-} \longrightarrow MeY^{2+} + 2H^+;$$

Şu ýerde $H_2Y^{2-}$ – etilendiamintetrauksus kislotasynyň iki natrili duzunyň aniony. Metallaryň gram-ekwiwalentleri olaryň okislenme derejesine bagly däldir, ol bir gram-ekwiwalent kompleksony baglanyşdyrýar.

Reňkleriň üýtgäp geçiş araçägi pH = 8-10 aralykda gowy görünýär. Şol sebäpli titrleme bufer ergininiň $NH_4OH + NH_4Cl$ gatnaşmagyndageçirilýär.Olbolsabölünipçykanwodorodionlarynyň emele getirýän turşy gurşawyny bitaraplaşdyrýar.

Mureksid indikatory $C_8H_8N_6O_6$ –purpur kislotasynyň ammoniý duzy. Şu indikatoryň aniony $Ind^-$ metallaryň kationlary bilen täsirleşip reňkli kompleks birleşmeleri emele getirýär:

$$\underset{\text{Gögümtil-melewşe}}{Me^{2+}} + Ind^- \rightarrow \underset{\text{gyzyl}}{MeInd^+}.$$

Emele gelen kompleksler hem Trilon B-niň kompleksler-inden az durnuklydyr, şol sebäpli titrlenilende metallaryň $Me^{2+}$ kationlary Trilon B bilen baglanyşýarlar, indikatoryň aniony bolsa erginde toplanýar we oňa gögümtil-melewşe reňk berýär:

$$\underset{\text{Gyzyl}}{MeInd^+} + \underset{\text{reňksiz}}{[H_2Tr]^{2-}} \longrightarrow \underset{\text{reňksiz}}{[MeTr]^{2-}} + \underset{\text{Gögümtil-melewşe}}{Ind} + 2H^+.$$

Titrlemäniň soňuny gögümtil-melewşe reňkiň peýda bolmagy häsiýetlendirýär.

## Kompleksonometriýa titrleme usuly

Kompleks emele gelmegi bilen geçýän titrlemegiň 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 çaýkalýar. Titrleme aşgar gurşawynda (pH=10) ammoniý bufer garyşygyny ulanyp geçirilýär. 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 duzlary bilen titrlenýär. Analiz edilýän ergine göwrümi belli işçi ergin-trilon B erginiň artykmaç mukdary goşulýar, täsirleşme geçip gutaryýança ergin gyzdyrylýar 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:

$Me^{2+} + [H_2Tr]^{2-} = [MeTr]^{2-} + 2H^+$, bölünip çykan wodorod ionyny fenolftaleiniň 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 titrlenilýär:

$$Na_2[MgTr] + Ca^{2+} \longrightarrow Na_2[CaTr] + Mg^{2+}$$

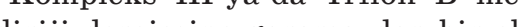
## Trilon B ergininiň titrini kesgitlemek

Trilon B-nyň gramm-ekwiwalenti aşakdaka deň bolar:

$$E_{Na[H_2Tr]} = \frac{M_{Na[H_2Tr]}}{2}.$$

Bir litr 0,1N ergin taýýarlamak üçin himiki arassa Trilon B-den 18,625 g alýarlar we distillirlenen suwda eredýärler. Ergininiň 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:



$$Me^{2+} + H_2Tr^{2-} = MeTr^{2-} + 2H^+$$

$$Me^{3+} + H_2Tr^{2-} = MeTr^{+} + 2H^+$$



$$Me^{4+} + H_2Tr^{2-} = MeTr^{2} + 2H^+$$

$H_2Tr^{2-}$ 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 kesgitläp, analiz edilýän kationyň konsentrasiýasy tapylýar.

b) kompleks birleşmesiniň emele gelmegi bilen geçýän titrlemäniň ekwiwalent mukdaryny fiziki-himiki usullary bilen (amperometriýa, potensiometriýa bilen) tapylýar.

ç) 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 baglanyşýar we indikator özbaşdak bölünip aýrylýar. Metalyň kompleksi indikator bilen gyzyl 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 gurşawda gök reňkli bolýar. Metallaryň kationlary bilen ol goýy – gyzyl reňk emele getirýär:

$$Me^{2+} + \underset{\text{Gök}}{Hind^{2-}} \Rightarrow \underset{\text{çakyr-gyzyl}}{MeInd^{-}} + 2H^+.$$

Trilon B bilen titrlenende $[MeInd]^-$ kompleksi bozulyp dargaýar, çünki metal iony Trilon B (Tr) bilen baglanyşyp berk kompleksi emele getirýär.

$(Hind^{2-})$ indikatoryň aniony bolsa erginde ýygnanýar we gök reňk berýär:

$$\underset{\text{Goýy-gyzyl}}{MeInd^-} + \underset{\text{reňksiz}}{[H_2Tr]^{2-}} \quad \underset{\text{reňksiz}}{[MeTr]^{2-}} + \underset{\text{gök}}{Hind^{2-}} + H^+.$$

Reňkleriň üýtgäp geçiş araçägi pH = 8-10 aralykda gowy görünýär. Şol sebäpli titrleme bufer ergininiň $NH_4OH + NH_4Cl$ gatnaşmagynda geçirilýär. Ol bolsa bölünip çykan wodorod ionlarynyň emele getirýän tursy gurşawyny bitaraplaşdyrýar.

Mureksid indikatory $C_8H_8N_6O_6$-purpur kislotasynyň ammoniý duzy. Şu indikatoryň aniony $Ind^-$ metallaryň kationlary bilen täsirleşip reňkli kompleks birleşmeleri emele getirýär:

$$\underset{\text{Gögümtil-melewşe}}{Me^{2+}} + Ind^- \rightarrow \underset{\text{gyzyl}}{MeInd^+}$$

Emele gelen kompleksler hem Trilon B-niň kompleksler-inden az durnuklydyr, şol sebäpli titrlenilende metallaryň $Me^{2+}$ kationlary Trilon B bilen baglanyşýarlar, indikatoryň aniony bolsa erginde toplanýar we oňa gögümtil-melewşe reňk berýär:

$$\underset{\text{Gyzyl}}{MeInd^+} + \underset{\text{reňksiz}}{[H_2Tr]^{2-}} \longrightarrow \underset{\text{reňksiz}}{[MeTr]^{2-}} + \underset{\text{Gögümtil-melewşe}}{Ind} + 2H^+$$

Titrlemäniň soňuny gögümtil-melewşe reňkiň peýda bolmagy häsiýetlendirýär.

Trilon B ergininiň titrini kalsiniň nitraty ýa-da hloridi bilen takyklaýarlar. Şonun üçin göwrümi belli 250 ml kolbada 0,1 N kalsiý duzunyň erginini taýýarlaýarlar, soňra çekim analizi bilen onuň takyk saklaýan, mukdaryny hasaplaýar-

lar. Taýýarlanylan ergininden 25 ml pipetka bilen alýarlar, oňa 50 ml suw gosýarlar, 25 ml $NH_3$ bufer garyşygyndan we 20-30 mg gury indikator hromogen garanyň natriý hlodi bilen garyşygyndan gosýarlar we 0,1 N Trilon B ergini bilen gyzyl reňk göge geçýänçä titrlenilýär. Hromogen garany natriniň hloridi bilen 1:200 gatnaşykda sokuda owkalap garyşdyrýarlar.

### Suwuň umumy talhlygyny kesgitlemek

Suwuň talhlygy kalsiý we magniý ionlarynyň 1litr suwdaky milligram-ekwiwalent sany bilen aňladylýar. Indikator bolup, köplenç, hromogen gara ulanylýar.

Ammoniý bufer garyşygyny pH=10 bolýança goşup, Trilon B ergini bilen titrleýärler:

$$Ca^{2+} + HInd^{2-} \rightarrow \underset{\text{çakyr-gyzyl}}{CaInd^{-}} + H^{+}$$

$$Mg^{2+} + Hind^{2-} \rightarrow \underset{\text{çakyr-gyzyl}}{MgInd^{-}} + H^{+}$$

$$K_{\text{d-syz}}\ CaInd^{-} = 3{,}9 \cdot 10^{-6}$$

$$K_{\text{d-syz}}\ [CaTr]^{2-} = 2{,}7 \cdot 10^{-11}$$

$$K_{\text{d-syz}}\ Mg\ Ind^{-} = 1 \cdot 10^{-7}$$

$$K_{\text{d-syz}}\ \text{we}\ [MgTr]^{2-} = 2 \cdot 10^{-9}$$

Ca-nyň we Mg-niň Trilon B bilen durnuksyzlyk hemişeliginiň (K) olaryň indikatorlar bilen emele getirýän kompleksleriniden örän köp kiçidigini göz öňünde tutup, soňkularyň bozulýandygyna (dargaýandygyna) göz ýetirýäris:

$$\underset{\text{Goýy-gyzyl}}{CaInd^{-}} + Na_2[H_2Tr] \rightarrow Na_2[CaTr] + \underset{\text{gök}}{Hind^{-}} + H+$$

$$MgInd^{-} + Na_2[H_2Tr] \rightarrow Na_2[MgTr] + HInd^{-} + H^{+}.$$

Erginiň gök reňke geçmegi täsirleşmäniň gutarandygyny aňladýar.

Suwuň umumy talhlygy şeýle formula bilen hasaplanylýar:

$$(\text{talhlyk}) - T = \frac{N_{Na_2[H_2Tr]} \cdot V_{Na_2[H_2Tr]}}{V_{H_2O}} \cdot 1000.$$

Bu ýerde $N_{Na_2[H_2Tr]}$-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 netijeleriň (bahalaryň) tapawudy bolsa $Mg^{2+}$ ionynyň saklanýan mukdaryny görkezýär.

## Toprakdan suwly ergin taýýarlamak

Howada guradylan gury topragy sokuda owradýarlar we deşigi 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 öňki süzgüçden geçirilýär. Pipetka bilen 50 ml topragyň suw nusgasyndan alynýar, oňa ammoniý bufer-garysygyndan 5 ml, indikator hromogen garadan 25-30 mg goşulýar we 0,05 N Trilon B ergini bilen titrlenýär. Titrleme ergininň 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 şoňa deň 1000 ml erginde bilelikdäki saklanýan mukdary hasaplanýar:

$$M_{Ca^{2+} + Mg^{2+}} = \frac{N_{Na_2[H_2Tr]} \cdot V_{Na_2[H_2Tr]}}{V_{topraksuwy}} \cdot 1000.$$

Bu ýerde $N_{Na_2[H_2Tr]}$-Trilon B ergininň normallygy, $V_{Na_2[H_2Tr]}$ Trilon B işçi ergininň titrlemäge harçlanan işçi göwrümi (ml), $V_{toprak\ suwy}$-titrlemäge alnan topragyň suwy, suw nusgasynyň göwrümi (ml).

## Kalsiniň mukdaryny hasaplamak

Kolba öňdäki işde hasaplanylyşy ýaly titrlemek üçin 50 ml toprak suwunyň nusgasyndan salynýar, NaOH-yň 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. Hasaplamasy öňdäki işde bolşy ýaly 10 g toprakdaky Mg-niň saklanýan mukdary hasaplanylanda onuň kalsiý bilen bilelikdäki saklanýan mukdaryndan ugur alynýar:

$$M_{Mg^{2+}} = m(_{Ca^{2+} + Mg^{2+}}) - m_{Ca^{2+}}.$$

## 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 taýýarlanylan ergini bilen tä ten goňur reňke geçýänçä işlemeli;

3. Üçünji derejeli ýanmak-teniň zaýalanmagy-ýara sterillenen hasa ulanmaly we tiz kömek, lukman çagyrmaly.

4. Uly we çün kesilmeler. Suw bilen ýuwmak bolmaýar, sebäbi akýan ganyň özi kesigi ýuwýar. 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 kislotanyň 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 garşylykly zatlary ulanmak, meselem süýt, belok, arpa suwy. Kislotalarda ýananlar agyz boşlugyny 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 çaýkamaly.

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 çekeniň dem almasy kesilse, oňa ýasama dem berilmelidir, güýçli zäherlenende ejir çekeni arassa howa çykarmalydyr. Sinil kislotasy bilen zäherlenende 2 g natriý tiosulfatyndan 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.

*1-nji tablisa*

**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 | Myşýak | 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 | Galaýy | Sn | 118,70 | 34 | Selen | Se | 78,96 |
| 82 | Gurşun | 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 |

*2-nji tablisa*

| Birnäçe kislotalaryň erginleriniň udel agyrlyklary | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| % | 15°C-däki udel agyrlyklary | | | | % | 15°C-däki udel agyrlyklary | | | |
| | $H_2SO_4$ | $HNO_3$ | HCI | $CH_3COOH$ | | $H_2SO_4$ | $HNO_3$ | HCI | $CH_3COOH$ |
| 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 |

*2-nji tablisanyň dowamy*

| % | 15°C-däki udel agyrlyklary | | | | % | 15°C-däki udel agyrlyklary | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | $H_2SO_4$ | $HNO_3$ | HCI | $CH_3COOH$ | | $H_2SO_4$ | $HNO_3$ | HCI | $CH_3COOH$ |
| 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 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | $H_2SO_4$ | $HNO_3$ | HCI | $CH_3COOH$ | | $H_2SO_4$ | $HNO_3$ | HCI | $CH_3COOH$ |
| 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 |

*3-nji tablisa*

**Ammiagyň we aşgarlaryň 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 | |

*3-nji tablisanyň dowamy*

| Ammiagyň we aşgarlaryň 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 | |

*3-nji tablisanyň dowamy*

**Ammiagyň we aşgarlaryň udel agyrlyklary**

| % | 15°C-däki udel agyrlyklary | | | % | 15°C-däki udel agyrlyklary | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 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 potensiallary | | | |
|---|---|---|---|
| $Li/Li^{+}$ | – 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 dissosiasiýalarynyň konstanty (25°C) | | |
|---|---|---|
| **Elektrolitler we olaryň folmulasy** | **Dissosiasiýanyň konstantynyň folmulasy** | **Dissosiasiýanyň konstantynyň bahasy (25°C)** |
| Suw | $K = [H^{+}]\cdot[OH^{-}]/[H_2O]$ | $1,8 \cdot 10^{-16}$ |
| Organiki däl kislotalar | $K = [H^{+}]\cdot[OH_2^{-}]/ [HNO_2]$ | |
| Azotly $HNO_2$ | | |
| Kükürt $H_2SO_4$ | $K_2 = [H^{+}]\cdot[SO_3^{2-}]/[HSO_4^{-}]$ | $1,2 \cdot 10^{-}$ |
| (dissosiasiýanyň 2-nji basgançagy) | | |

| **Elektrolitler we olaryň folmulasy** | **Dissosiasiýanyň konstantynyň folmulasy** | **Dissosiasiýanyň konstantynyň bahasy (25°C)** |
|---|---|---|
| Kükürtli $H_2SO_3$ | $K_1 = [H^+]\cdot[HSO_3^-]/[H_2SO_3]$ | $1,7 \cdot 10^{-2}$ |
| | $K_2 = [H^+]\cdot[SO_3^{2-}]/[HSO_3^-]$ | |
| Kükürtli wodorod $H_2S$ | $K_1 = [H^+]\cdot[HS^-]/[H_2S]$ | $6,0 \cdot 10^{-8}$ |
| | $K_2 = [H^+]\cdot[S^{2-}]/[HS^-]$ | $5,7 \cdot 10^{-8}$ <br> $1,2 \cdot 10^{-15}$ |
| Kömür $H_2CO_3$ | $K_1 = [H^+]\cdot[HCO_3^-]/[H_2CO_3]$ | $4,3 \cdot 10^{-7}$ |
| | $K_2 = [H^+]\cdot[CO_3^{2-}]\cdot[HCO_3^-]$ | $5,6 \cdot 10^{-11}$ |
| Fosfor $H_3PO_4$ | $K_1 = [H^+]\cdot[H_2PO_4^-]/[H_3PO_4]$ | $7,5 \cdot 10^{-3}$ |
| | $K_2 = [H^+]\cdot[HPO_4^{2-}]/[H_2PO_4^-]$ | $6,2 \cdot 10^{-8}$ |
| | $K_3 = [H^+]\cdot[PO_4^{3-}]/[HPO_4^{2-}]$ | $2,2 \cdot 10^{-13}$ |
| | **Organiki kislotalar** | |
| Çakyr $H_2C_4O_8$ | $K_1 = [H^+]\cdot[HC_4H_4O_6^-]/[H_2C_4H_4O_6]$ | $1,0 \cdot 10^{-3}$ |
| | $K_2 = [H^+]\cdot[C_4H_4O_6^{2-}]/[HC_4H_4O_6^-]$ | |
| Garynja HCOOH | $K = [H^+]\cdot[HCOO^-]/[HCOOH]$ | $4,6 \cdot 10^{-5}$ <br> $1,8 \cdot 10^{-4}$ |
| Uksus $CH_3COOH$ | $K = [H^+]\cdot[CH_3COO^-]/[CH_3COO]$ | $1,8 \cdot 10^{-5}$ |
| Turşuja $H_2C_2O_4$ | $K_1 = [H^+]\cdot[HC_2O_4^-]/[H_2C_2O_4]$ | $5,9 \cdot 10^{-2}$ |
| | $K_2 = [H^+]\cdot[C_2O_4^{-2}]/[HC_2O_4^-]$ | $6,4 \cdot 10^{-5}$ |
| | **Esaslar** | |
| Kalsiniň gidroksidi $Ca(OH)_2$ | $K = [Ca^{2+}]\cdot[OH^-]/[Ca(OH)^-]$ | $3,0 \cdot 10^{-2}$ |
| Ammoniniň gidroksidi $NH_4OH$ | $K = [NH_4^+]\cdot[OH^-]/[NH_4OH]$ | $1,8 \cdot 10^{-5}$ |

*6-nji tablisa*

| Birnäçe kompleks ionlaryň konstantynyň durnuksyzlygy | | | |
|---|---|---|---|
| **Ionlaryň folmulalary** | **Ionlaryň dissosiasiýasynyň deňlemeleri** | | **Durnuksyzlyk konstanty** |
| $[AlF_6]^{3-}$ | $[AlF_6]^{3-} \leftrightarrow$ | $Al^{3+} + 6F^-$ | $2 \cdot 10^{-24}$ |
| $[Fe(CN)_6]^{4-}$ | $[Fe(CN)_6]^{4-} \leftrightarrow$ | $Fe^{2+} + 6CN^-$ | $5{,}0 \cdot 10^{-37}$ |
| $[Fe(CN)_6]^{3-}$ | $[Fe(CN)_6]^{3-} \leftrightarrow$ | $Fe^{3+} + 6CN^-$ | $5{,}0 \cdot 10^{-44}$ |
| $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$ | $[Zn(NH_3)_4]^{2+} \leftrightarrow$ | $Zn^{2+} + 4NH_3$ | $2{,}6 \cdot 10^{-10}$ |
| $[Co(NH_3)_6]^{2+}$ | $[Co(NH_3)_6]^{2+} \leftrightarrow$ | $Co^{2+} + 6NH_3$ | $1{,}25 \cdot 10^{-5}$ |
| $[Co(NH_3)_6]^{3+}$ | $[Co(NH_3)_6]^{3+} \leftrightarrow$ | $Co^{3+} + 6NH_3$ | $6 \cdot 10^{-36}$ |
| $[Co(CN)_5]^{2-}$ | $[Co(CN)_5]^{2-} \leftrightarrow$ | $Co^{3+} + 5CN^-$ | $8 \cdot 10^{-20}$ |
| $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ | $[Ni(NH_3)_6]^{2+} \leftrightarrow$ | $Ni^{2+} + 6NH_3$ | $6 \cdot 10^{-9}$ |
| $[Ni(CH_4)]^{2-}$ | $[Ni(CH_4)]^{2-} \leftrightarrow$ | $Ni^{2+} + 4CN^-$ | $3 \cdot 10^{-16}$ |
| $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ | $[Cu(NH_3)_4]^{2+} \leftrightarrow$ | $Cu^{2+} + 4NH_3$ | $4{,}6 \cdot 10^{-14}$ |
| $[Cu(CN)_4]^{3-}$ | $[Cu(CN)_4]^{3-} \leftrightarrow$ | $Cu^+ + 4CN^-$ | $5 \cdot 10^{-28}$ |
| $[Cd(NH_3)_4]^{2+}$ | $[Cd(NH_3)_4]^{2+} \leftrightarrow$ | $Cd^{2+} + 4NH_3$ | $1 \cdot 10^{-7}$ |
| $[Cu(CN)_4]^{2-}$ | $[Cd(CN)_4]^{2-} \leftrightarrow$ | $Cd^{2+} + 4CN^-$ | $1{,}4 \cdot 10^{-17}$ |
| $[AgCl]$ | $[AgCl] \leftrightarrow$ | $Ag^+ + Cl^-$ | $2{,}3 \cdot 10^{-6}$ |
| $[Ag(NH_3)_2]^+$ | $[Ag(NH_3)_2]^+ \leftrightarrow$ | $Ag^+ + 2NH_3$ | $7{,}2 \cdot 10^{-8}$ |
| $[Ag(S_2O_3)]^-$ | $[Ag(S_2O_3)]^- \leftrightarrow$ | $Ag^+ + S_2O_3^{2-}$ | $1 \cdot 10^{-13}$ |
| $[Ag(CN)_2]^-$ | $[Ag(CN)_2]^- \leftrightarrow$ | $Ag^+ + 2CN^-$ | $1 \cdot 10^{-21}$ |
| $[HgCl_4]^{2-}$ | $[HgCl_4]^{2-} \leftrightarrow$ | $Hg^{2+} + 4Cl^-$ | $6 \cdot 10^{-17}$ |
| $[HgBr_4]^{2-}$ | $[HgBr_4]^{2-} \leftrightarrow$ | $Hg^{2+} + 4Br^-$ | $2{,}2 \cdot 10^{-22}$ |
| $[HgJ_4]^{2-}$ | $[HgJ_4]^{2-} \leftrightarrow$ | $Hg^{2+} + 4J^-$ | $5 \cdot 10^{-31}$ |
| $[Hg(SCN)_4]^{2-}$ | $[Hg(SCN)_4]^{2-} \leftrightarrow$ | $Hg^{2+} + 4SCN^-$ | $1 \cdot 10^{-22}$ |
| $[SnCl_6]^{2-}$ | $[SnCl_6]^{2-} \leftrightarrow$ | $Sn^{4+} + 6Cl^-$ | $1{,}5 \cdot 10^{-1}$ |
| $[PbJ_5]^{3-}$ | $[PbJ_5]^{3-} \leftrightarrow$ | $Pb^{2+} + 5J^-$ | $4{,}5 \cdot 10^{-4}$ |
| $[H_2O]$ | $[H_2O] \leftrightarrow$ | $H^+ + OH^-$ | $1{,}8 \cdot 10^{-1}$ |

*7-nji tablisa*

| **Birnäçe kyn ereýän elekrolitleriň ereýjiligi we olaryň ereýjiliginiň köpeltmek hasyly (18-25°C)** | | | |
|---|---|---|---|
| **Maddalaryň formulalary** | **Ereýjiligi** g/dm³ | mol/dm³ | **Ereýjiligiň köpeltmek hasyly (EKH)** |
| $KHC_4H_4O_6$ | 3,2 | $1,7 \cdot 10^{-2}$ | $[K^+]\cdot[HC_4H_4O_6^-] = 3 \cdot 10^{-4}$ |
| $Mg(OH)_2$ | $6,4 \cdot 10^{-3}$ | $1,1 \cdot 10^{-4}$ | $[Mg^{2+}]\cdot[OH^-]^2 = 5 \cdot 10^{-12}$ |
| $MgNH_4PO_4$ | $8,6 \cdot 10^{-3}$ | $6,3 \cdot 10^{-5}$ | $[Mg^{2+}]\cdot[NH_4^+]\cdot[PO_4^{3-}] = 2,5 \cdot 10^{-13}$ |
| $BaCO_3$ | $1,76 \cdot 10^{-2}$ | $8,9 \cdot 10^{-5}$ | $[Ba^{2+}]\cdot[CO_3^{2-}] = 8 \cdot 10^{-9}$ |
| $BaC_2O_4$ | $9 \cdot 10^{-3}$ | $4,0 \cdot 10^{-4}$ | $[Ba^{2+}]\cdot[C_2O_4^{2-}] = 1,6 \cdot 10^{-7}$ |
| $BaCrO_4$ | $3,9 \cdot 10^{-3}$ | $1,55 \cdot 10^{-5}$ | $[Ba^{2+}]\cdot[CrO_4^{2-}] = 2,4 \cdot 10^{-10}$ |
| $BaSO_4$ | $2,5 \cdot 10^{-3}$ | $1,05 \cdot 10^{-5}$ | $[Ba^{2+}]\cdot[SO_4^{2-}] = 1,1 \cdot 10^{-10}$ |
| $SrSO_4$ | $9,7 \cdot 10^{-2}$ | $5,3 \cdot 10^{-4}$ | $[Sr^{2+}]\cdot[SO_4^{2-}] = 2,8 \cdot 10^{-7}$ |
| $SrC_2O_4$ | $4,2 \cdot 10^{-2}$ | $2,37 \cdot 10^{-4}$ | $[Sr^{2+}]\cdot[C_2O_4^{2-}] = 1,6 \cdot 10^{-9}$ |
| $SrCO_3$ | $5,9 \cdot 10^{-3}$ | $4,0 \cdot 10^{-5}$ | $[Sr^{2+}]\cdot[CO_4^{2-}] = 1,1 \cdot 10^{-10}$ |
| $CaSO_4$ | 2 | $7,8 \cdot 10^{-3}$ | $[Ca^{2+}]\cdot[SO_4^{2-}] = 6,1 \cdot 10^{-5}$ |
| $CaCO_3$ | $6,9 \cdot 10^{-3}$ | $6,9 \cdot 10^{-5}$ | $[Ca^{2+}]\cdot[CO_3^{2-}] = 4,8 \cdot 10^{-9}$ |
| $CaC_2O_4$ | $6,5 \cdot 10^{-3}$ | $5,07 \cdot 10^{-3}$ | $[Ca^{2+}]\cdot[C_2O_4^{2-}] = 2,57 \cdot 10^{-9}$ |
| $Fe(OH)_2$ | $4,4 \cdot 10^{-4}$ | $4,9 \cdot 10^{-6}$ | $[Fe^{2+}]\cdot[OH^-]^2 = 4,8 \cdot 10^{-16}$ |
| $Fe(OH)_3$ | $2,0 \cdot 10^{-8}$ | $1,9 \cdot 10^{-10}$ | $[Fe^{3+}]\cdot[OH^-]^3 = 3,8 \cdot 10^{-38}$ |
| $FeS$ | $5,4 \cdot 10^{-8}$ | $6,1 \cdot 10^{-10}$ | $[Fe^{2+}]\cdot[S^{2-}] = 3,7 \cdot 10^{-19}$ |
| $Mn(OH)_2$ | $19 \cdot 10^{-3}$ | $2,14 \cdot 10^{-5}$ | $[Mn^{2+}]\cdot[OH^-] = 4,0 \cdot 10^{-14}$ |
| $MnS$ | $3,2 \cdot 10^{-6}$ | $3,7 \cdot 10^{-8}$ | $[Mn^{2+}]\cdot[S^{2-}] = 1,4 \cdot 10^{-15}$ |
| $Zn(OH)_2$ | $1,4 \cdot 10^{-4}$ | $1,4 \cdot 10^{-6}$ | $[Zn^{2+}]\cdot[OH^-] = 1,0 \cdot 10^{-17}$ |

*7-nji tablisanyň dowamy*

| **Maddalaryň formulalary** | **Ereýjiligi** g/dm³ | mol/dm³ | **Ereýjiligiň köpeltmek hasyly (EKH)** |
|---|---|---|---|
| ZnS | $3,4 \cdot 10^{-10}$ | $3,5 \cdot 10^{-23}$ | $[Zn^{2+}]\cdot[S^{2-}] = 1,2 \cdot 10^{-23}$ |
| NiS | $1,1 \cdot 10^{-10}$ | $1,2 \cdot 10^{-12}$ | $[Ni^{2+}]\cdot[S^{2-}] = 1,4 \cdot 10^{-24}$ |
| AgCl | $1,8 \cdot 10^{-5}$ | $1,25 \cdot 10^{-5}$ | $[Ag^{+}]\cdot[Cl^{-}] = 1,56 \cdot 10^{-10}$ |
| AgBr | $1,7 \cdot 10^{-4}$ | $8,8 \cdot 10^{-7}$ | $[Ag^{+}]\cdot[Br^{-}] = 7,7 \cdot 10^{-13}$ |
| AgI | $2,8 \cdot 10^{-6}$ | $1,2 \cdot 10^{-8}$ | $[Ag^{+}]\cdot[J^{-}] = 1,5 \cdot 10^{-16}$ |
| AgSCN | $1,8 \cdot 10^{-4}$ | $1,2 \cdot 10^{-6}$ | $[Ag^{+}]\cdot[SCN^{-}] = 1,16 \cdot 10^{-12}$ |
| $Ag[Fe(CN)_4]$ | $1,4 \cdot 10^{-6}$ | $2,2 \cdot 10^{-9}$ | $[Ag^{+}]\cdot[Fe(CN)_4^{-}] = 1,5 \cdot 10^{-41}$ |
| $Ag_3[Fe(CN)_6]$ | $1,3 \cdot 10^{-4}$ | $2,4 \cdot 10^{-7}$ | $[Ag^{+}]^3\cdot[Fe(CN)_6^{3-}] = 9,8 \cdot 10^{-26}$ |
| $AgBrO_3$ | 1,49 | $6,3 \cdot 10^{-3}$ | $[Ag^{+}]\cdot[BrO_3^{-}] = 5,77 \cdot 10^{-5}$ |
| $Ag_2CrO_4$ | $4,3 \cdot 10^{-2}$ | $1,3 \cdot 10^{-4}$ | $[Ag^{+}]^2\cdot[CrO_4^{2-}] = 9,0 \cdot 10^{-13}$ |
| $Ag_2S$ | $8,7 \cdot 10^{-15}$ | $3,5 \cdot 10^{-17}$ | $[Ag^{+}]^2\cdot[S^{2-}] = 1,6 \cdot 10^{-49}$ |
| $PbCl_2$ | 11,0 | $3,9 \cdot 10^{-2}$ | $[Pb^{2+}]\cdot[Cl^{-}]^2 = 2,4 \cdot 10^{-4}$ |
| $PbJ_2$ | $6,0 \cdot 10^{-1}$ | $1,3 \cdot 10^{-3}$ | $[Pb^{2+}]\cdot[J^{-}]^2 = 8,7 \cdot 10^{-9}$ |
| $PbSO_4$ | $4,5 \cdot 10^{-4}$ | $1,5 \cdot 10^{-4}$ | $[Pb^{2+}]\cdot[SO_4^{2-}] = 2,2 \cdot 10^{-8}$ |
| PbS | $7,9 \cdot 10^{-12}$ | $3,3 \cdot 10^{-15}$ | $[Pb^{2+}]\cdot[S^{2-}] = 1,1 \cdot 10^{-20}$ |
| CuS | $8,8 \cdot 10^{-21}$ | $9,2 \cdot 10^{-23}$ | $[Cu^{2+}]\cdot[S^{2-}] = 8,5 \cdot 10^{-45}$ |
| CdS | $8,6 \cdot 10^{-13}$ | $6,0 \cdot 10^{-15}$ | $[Cd^{2+}]\cdot[S^{2-}] = 3,6 \cdot 10^{-29}$ |
| HgS | $1,4 \cdot 10^{-14}$ | $6,3 \cdot 10^{-27}$ | $[Hg^{2+}]\cdot[S^{2-}] = 4,0 \cdot 10^{-53}$ |

*8-nji tablisa*

| Himiki reaktiwleriň toparlary | | | |
|---|---|---|---|
| **Reaktiwleriň toparlary** | **Belligi** | **Esasy maddanyň düzümi, %** | **Aýratyn garyşyklaryň düzümi, %** |
| Arassa | a. | 98 az däl | 0,01 ÷ 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 EDEBIÝATLAR


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 елементов. 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 качственного анализа. М., 1960.

6. *Н.И. Блок.* Качественный химический анализ М., 1952.

7. *И.М. Коренман.* Микрокристаллоскопия. 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. Калинкин*. 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 baglanyşygy . . . . . 39
7. Kationlary açmaklygyň täsirleşmeleri . . . . . 44
7.I. Kationlaryň birinji topary (kaliý, natriý, ammoniý, litiý, magniý) . . . . . 44
7.2. Kationlaryň ikinji topary (bariý, stronsiý, kalsiý, kationlary) . . . . . 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 bäşinji topary . . . . . 119
7.7. IV-V toparyň kationlarynyň garyşygynyň analizi 131
8. Ionlary kesgitlemegiň usullary . . . . . 133
8.1. Tejribäniň netijesini hasaplamak. . . . . 133
8.2. Çöküdiniň emele gelmeginde goşmaça äsirleşmeler . . . . . 135

8.3. Garyşyk kristallaryň emele gelmegi bilen bagly bolan ýalňyşlyklary 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. Komplels 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 ýalňyşlyklar . . . . . 159
8.11. Yzgiderli ýalňyşlyklar . . . . . 159
8.12.Tötänden bolan ýalňyşlyklar . . . . . 160
8.13. Gödek ýalňyşlyklar. . . . . 161
9. Çeküw derňewi . . . . . 165
9.1. Gury garyndydaky barini kesgitlemek. . . . . 166
9.2. $BaCl_2$. $2H_2O$ kristallogidratynda kristallaşan suwy kesgitlemek . . . . . 168
9.3 Gury garyndydaky sulfatyň kesgitlenilişi . . . . . 172
9.4 Metallaryň oksidleriniň kesgitlenilişi . . . . . 174
9.5 Demiriň kesgitlenilişi . . . . . 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 KESGITLENIŞ WE BÖLÜNIŞ USULLARY

Ýokary okuw mekdepleri üçin okuw kitaby

Redaktor A. Aşyrowa
Surat redaktory G. Orazmyradow
Teh. redaktory T.Aslanowa
Suratçy
Neşir üçin jogapkär