

Ə.B.Əliyev, Ş.S.Əhməd, T.G.Zeynalova

ANALİTİK KİMYADAN LABORATORİYA İŞLƏRİ



Ə.B.ƏLİYEV
Ş.S.ƏHMƏD
T.G.ZEYNALOVA

AZMİU-NUN KİMYA KAFEDRASININ ƏMƏKDAŞLARI TƏRƏFİNDƏN HAZIRLANAN “ANALİTİK KİMYADAN LABORATORİYA İŞLƏRİ” ADLI METODİK VƏSAİT TEXNİKİ UNİVERSİTETLƏRİN BAKALAVR PİLLƏSİNDƏ TƏHSİL ALAN TƏLƏBƏLƏRİ ÜÇÜN NƏZƏRDƏ TUTULMUŞDUR. ANALİTİK KİMYANIN VƏSFI VƏ MİQDARI ANALİZ METODLARINA DAİR 13 LABORATORİYA İŞLƏRİNİN YERİNƏ YETİRİLMƏ QAYDASI İLƏ YANAŞI TƏLƏBƏLƏRİN MÖVZUNU TAM MƏNİMSƏMƏSİ MƏQSƏDİLƏ NƏZƏRİ MATERİALLARA DA YER AYRILMIŞDIR. HƏR İŞİN SONUNDA HESABAT VƏRƏQİNİN VERİLMƏSİ İŞİN NƏTİCƏLƏRİNİN YAZILMASI ÜÇÜNDÜR. BU SƏBƏBDƏN DƏ TƏQDİM OLUNAN METODİK VƏSAİTİ MÜASİR STANDARTLARA UYGUN TƏRTİB EDİLMİŞ HESAB ETMƏK OLAR.

BAKİ -2011

Giriş



Analitik kimya – maddələrin tərkibi və kimyəvi quruluşunun təyini haqqında elmdir. O, kimyəvi analizlərin ümumi nəzəri əsaslarını inkişaf etdirir, tədqiq olunan nümunənin komponentlərinin təyini üsullarını yaradır, konkret obyektlərin analiz məsələlərini həll edir.

Analitik kimyanın əsas məqsədi – qarşıya qoyulan məsələdən asılı olaraq dəqiqliyi, yüksək həssaslığı, analizlərin seçiciliyini təmin etməkdir. Analitik kimyada istifadə olunan üsullar analizi mikroobyektlərdə (mikrokimyəvi analiz), nöqtədə, səthdə (lokal analiz), nümunədən aralı məsafədə (distansiyalı analiz), axında (fasiləsiz analiz) aparmaqla yanaşı nümunədə kimyəvi birləşmənin hansı şəkildə və təyin olunan komponentin hansı fazada (faza analizi) olduğunu müəyyən edir.

Analitik kimyanın inkişaf tendensiyası texnoloji proseslərə nəzarət zamanı analizlərin avtomatlaşdırılması (avtomatlaşdırılmış analiz) və elektron hesablama maşınlarından (e.h.m.) geniş istifadəsi ilə əlaqədardır.

Kimyəvi analiz vəsfi və miqdarı analizə ayrılır. Vəsfi analiz nümunədə komponentlərin təyini və identifikasiyası, miqdarı analiz isə komponentlərin qatılığını və ya kütləsini müəyyən edir. Hansı komponentin müəyyən edilməsindən asılı olaraq izotop, element, funksional qrup, molekul, faza analizi var. Analiz olunan nümunənin təbiətindən asılı olaraq analiz qeyri-üzvi və üzvi analizə ayrılır.

Analitik kimyanın nəzəri əsaslarından analizlərin metroloji, o cümlədən nəticələrin statistik hesablanması mühüm yer tutur. Nümunənin götürülməsi və hazırlanması, analiz sxeminin tərtibi, metodun seçilməsi, prinsipləri, analizlərin avtomatlaşdırılması, e.h.m.-nin tətbiqi, analizlərin nəticələrinin xalq təsərrüfatında tətbiqi analitik kimyanın nəzəri əsaslarının istiqamətlərindəndir.

Analitik kimyanın əsas xüsusiyyəti odur ki, o nümunənin ümumi yox, xüsusi, spesifik, xarakterik xassələrini öyrənir ki, bu da bir çox analitik metodların seçiciliyini təmin edir. Fizika, riyaziyyat, biologiya və texnikanın müxtəlif sahələrindəki nailiyyətlər ilə sıx bağlılıq, əsasən də analiz üsullarında analitik kimyanı elmlərin kəsişdiyi fənn kimi formalaşdırır.

Analitik kimyada ayırma və təyinetmə üsulları ilə yanaşı eyni zamanda onları özündə birləşdirən ümumiləşmiş metodlar da var. Bu metodları kimyəvi analiz metodlarına (qravimetriya və titrimetriya), fiziki-kimyəvi analiz (elektrokimyəvi, fotometriya), fiziki analiz (spektral, nüvə fizikası və s.) və bioloji analiz metodlarına ayırılır. Bəzən metodları kimyəvi reaksiyalara əsaslanan kimyəvi, fiziki hadisələrə əsaslanan fiziki və ətraf mühitdəki dəyişikliklərə orqanizmin reaksiyasından istifadə edilən bioloji olmaqla üç yerə ayırılır.

Bütün təyin metodları maddə tərkibinin ölçülə biləcək bu və ya digər xassəsindən asılılığına əsaslanır. Ona görə də analitik kimyanın mühüm istiqamətlərindən biri bu və ya digər asılılıqları tapıb analitik məsələlərin həlli üçün onlardan istifadə etməkdir. Bu halda tərkib və xassə arasında əlaqəni tapmaq, xassəni qeydetmə üsulunu işləmək (analitik siqnal), digər komponentlərin siqnallarını kənarlaşdırmaq, mane olan müxtəlif amillərin təsirini aradan qaldırmaq lazımdır. Analitik siqnalın qiyməti komponentin qatılığı və ya miqdarını xarakterizə edən vahidlə ölçülür. Ölçülən xassələr, məsələn kütlə, həcm və şüaudma ola bilər.

Kimyəvi və fiziki-kimyəvi metodların nəzəriyyəsi analizdə geniş istifadə olunan bir neçə reaksiyalar (turşu-əsas, oksidləşmə-reduksiya, kompleksməhləgəlmə) və vacib proseslər (çökmə, həllolma, ekstraksiya) əsasında formalaşır.

Bu məsələlərə diqqət uyğun metodların praktiki əhəmiyyəti və analitik kimyanın inkişaf tarixi ilə bağlıdır. Qeyd olunmalıdır ki, kimyəvi üsulların tətbiqi get-gedə azalır, fiziki-kimyəvi və fiziki üsulların tətbiqi genişlənir, sonuncu metodların nəzəriyyələrinin təkmilləşdirilməsi və analitik kimyanın ümumi nəzəriyyəsinə ayrı-ayrı üsulların nəzəri aspektlərinə inteqrasiya etməsi getdikcə daha böyük əhəmiyyət kəsb edir.

LABORATORİYADA ÜMUMİ İŞ QAYDALARI, TƏHLÜKƏSİZLİK TƏDBİRLƏRİ VƏ HADİSƏ BAŞ VERDİKDƏ GÖSTƏRİLƏN İLK TİBBİ YARDIM

Kimya laboratoriyasında işləyən zaman aşağıdakıları bilmək və onlara əməl etmək lazımdır:

1. İşə başlamazdan əvvəl məşələnin mövzusu ilə tanış olmalı, işin gedişini oxumalı, lazım olan nə varsa, hamısını hazırlamalı, aydın olmayan məsələləri müəllimlə birlikdə aydınlaşdırmalı və sonra işə başlamalı.
2. Laboratoriyada işləyən zaman xüsusilə diqqətli və ehtiyatlı olmalı. Jihazlar və maddələrin xassələri ilə kifayət qədər tanış olmamaq, mövjud qaydalara əməl etməmək bədbəxt hadisələrlə nəticələnə bilər.
3. Təxribələri maddələrin dərslikdə yazılan miqdarı ilə göstərilən şərait və ardıcılıqla yerinə yetirməli. Nəzərdə tutulmayan təxribələri müəllimin ixtazəsi olmadan aparmamalı.
4. Çox sürətlə gedən reaksiyalara aid təxribələri müvafiq ehtiyat tədbirlərini nəzərə almaqla və qoruyucu eynəklərdən istifadə etməklə aparmalı.
5. Kimyəvi təxribələri təmiz olmayan qablarda aparmamalı.
6. Maddələri iyləməməli, ondan ayrılan qazı və ya buxarı əlin yüngül hərəkəti ilə buruna tərəf yönəltməklə iyləməli.
7. Laboratoriyada maddələrin dadına baxmamalı.
8. İşləniləcək reaktivin etiketini oxuyub götürməli, istifadə etdikdən sonra tıxağını dəyişik salmadan öz yerinə qoymalı, ümumi istifadə üçün olan reaktiv öz işlədiyini yerə aparmamalı, reaktivin artığını həmin reaktiv götürdüyünüz qaba tökməməli.
9. Zəhərləyici və yeyici mayeləri pipetlə götürmək üçün siqon və ya rezin armuducuqdan istifadə etməli.
10. Təsadüfi zəhərlənmələrin qarşısını almaq üçün laborantın ixtazəsi olmadan su və çay içmək məqsədilə kimyəvi qablardan istifadə etməməli.
11. Qələvi metallar, jivə, fosfor və s. kimi təhlükəli maddələrin qalıqlarını kanalizasiya, yaxud zibil qabına atmamalı, onları laboranta təhvil verməli (laboratoriyada belə qalıqları yığmaq üçün xüsusi qablar olur).
12. Bütün zəhərləyici maddələri ümumi reaktivlərdən ayrı saxlamalı və onlardan istifadə edərkən lazım olan miqdardan artıq götürməməli.
13. Zəhərləyici, pis qoxulu və ümumiyyətlə, sağlamlıq üçün təhlükəli olan maddələrlə bütün təxribələri sorucu şkafta aparmalı.
14. Qazın sızmasına yol verməməli, laboratoriyada qazı bağlamaq üçün ümumi qaz kranı olmalı və onun açarı preparator otağında saxlanılmalıdır.
15. Sulfat turşusu məhlulu hazırlamaq üçün suyu turşuya deyil, turşunu suya az-az tökməli; bu məqsədlə qalın şüşə, yaxud saxsı qablardan istifadə etməli.
16. Quru qələvini xırdalamaq və ya toz halına salmaq üçün qoruyucu eynəklərdən və rezin əlcəklərdən istifadə etməli.
17. Kimyəvi təxribələri aparan zaman jihazları elə yerləşdirmək lazımdır ki, sıçrama, yaxud nüskürmə hallarında reaksiyada iştirak edən maddələr təxribə aparan şəxsin və yaxınlıqda olanların üstünə düşməsin.
18. Laboratoriyanın asanlıqla əlçatan yerində saz odsöndürən, qumla dolu qab və azbest vərəqləri saxlamalı.
19. Baş verən yanğını dərhal söndürmək üçün səliqə ilə qatlanmış keçə və ədyal laboratoriyanın görünən yerindən asılmalıdır.
20. Asan alışan maddələrlə alov yaxınlığında təxribə aparmamalı.
21. Suda həll olmayan maddələr (benzin, benzol, skpidar və s.) alışdıqda onları söndürmək üçün alovu ədyal və ya azbestlə örtmək, yaxud ona qum səpmək lazımdır. Belə maddələr alışan zaman onları söndürmək üçün sudan istifadə etməməli.
22. Asan alışan maddələrin (benzin, spirt, efir, aseton və s.) jari işlər üçün lazım olan miqdardan artığını laboratoriyada saxlamamalı.
23. İşləyən qaz və elektrik jihazlarını nəzarətsiz qoymamalı.
24. Elektrik qızdırıcı jihazlarını şəbəkəyə birləşdirmək üçün birləşdirici naqili əvvəlcə jihazı, sonra isə şəbəkəyə birləşdirməli.
25. Şüşə ilə yaralanan zaman spirt, yaxud kalium-permanqanat məhlulu ilə isladılmış pambıqla yaranan qanını təmizləməli, yod sürtməli və tənziplə bağlamalı.
26. Dəridə təsadüfən yanıq əmələ gəldikdə, yanan yerə kalium-permanqanat məhlulu tökməli və xüsusi maz sürtməli.
27. Turşu yandıran yeri quruyana qədər dəsmalla ehtiyatla silməli, çoxlu su ilə (yaxşı olar ki, isti su ilə, yaxud 2% -li soda məhlulu ilə) yumalı; yanan yerə vazelin sürüb, tənziplə bağlamalı. Gözə turşu

düşərsə onu təmiz su, yaxud 2% -li soda məhlulu ilə yaxşıca yumalı; ağını kəsmək üçün 1-2 damcı gənəgərçək yağı tökməli.

28. Dəri (əl, üz) fosforla yandıqda, yanan yeri 1% -li mis 2-sulfat məhlulu ilə yumalı.

29. Qələvi ilə zədələnən yeri su ilə (yaxşı olar ki, isti su ilə), yaxud 2% -li sirkə və ya borat turşusu məhlulu ilə yumalı, sonra yanba bor vazelini, yaxud 5% -li kalium-permanqanat məhlulu sürtməli və tənziplə bəsləməli. Gözə qələvi düşdükdə onu 1% -li borat turşusu məhlulu ilə yumalı və 1-2 damcı gənəgərçək yağı tökməli.

30. Qazla zəhərləndikdə zərərçəkəni təmiz havaya çıxarmalı, ona ammoniyak məhlulu iylətməli. Müxtəlif maddələrlə zəhərləndikdə aşağıdakı zərərsizləşdiricilərdən istifadə etməli; turşularla zəhərləndikdə maqnezium-oksidi, əhəng suyu, horra (un-su qarışığı); qələvilərlə zəhərləndikdə 1% -li sirkə, yaxud limon turşusu məhlulu; arsen və onun birləşmələri ilə zəhərləndikdə -yumurta ağı, çoxlu miqdarda süd; zəhərləyici maddə məlum olmadıqda universal zərərsizləşdirici olaraq 2 hissə ayaq kömürü ilə 1 hissə maqnezium -oksidin qarışığından istifadə etməli.

LABORATORİYA İŞLƏRİNİN TƏRTİB OLUNMASI

Laboratoriya işlərinin nəticəsi və bütün müşahidələr kitabçaya əlavə edilmiş vərəqdə tələbənin adı soyadı qeyd edilməklə yazılır. Aparılan qeydlər səliqə ilə yazılmalı. Təcrübələr haqqındakı qeydlər aşağıdakı ardıcılıqla yazılmalıdır:

1. İşin yerinə yetirilmə tarixi.
2. İşin nömrəsi və adı.
3. İşin gedişi. İşin gedişində təcrübənin aparıldığı şərait, prosesin keyfiyyət əlamətləri (çöküntü və ya qazın ayrılması, çöküntünün həll olması, rəngin dəyişməsi, istiliyin udulması, yaxud ayrılması) şərh edilməlidir.

4. Reaksiyaların tənlikləri və onlara əsasən işin nəticələrinin riyazi hesabı.

5. Şəkil və ya istifadə olunan cihazın sxemi.

6. Nəticələr.

Hər bir laboratoriya işi yeni səhifədə yazılmalıdır.

Dərsin qurtarmasına 10 dəqiqə qalmış tələbə hesabı müəllimə təqdim edir və iş yerini səliqəyə salır.

İşin gedişini və bu işlə əlaqədar nəzəriyyəni öyrənən tələbə növbəti işə buraxılır. Bütün laboratoriya işlərini yerinə yetirən, kollokviumlarda cavab verən tələbələr məqbul alır və imtahana buraxılırlar.

D. MENDELEYEVİN ELEMENTLƏRİN DÖVRİ CƏDVƏLİ

QRUPLAR														
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII						
1	(H) 1,00794						H ¹ 1,00794	He ² 4,002602						
2	Li ³ 6,941	Be ⁴ 9,01218	B ⁵ 10,811	C ⁶ 12,011	N ⁷ 14,0067	O ⁸ 15,9994	F ⁹ 18,998403	Ne ¹⁰ 20,179						
3	Na ¹¹ 22,98977	Mg ¹² 24,305	Al ¹ 26,98154	Si ¹⁴ 28,0855	P ¹⁵ 30,97376	S ¹⁶ 32,066	Cl ¹⁷ 35,453	Ar ¹⁸ 39,948						
4	K ¹⁹ 39,0983	Ca ²⁰ 40,078	21 Sc 44,95591	22 Ti 47,88	23 V 50,9415	24 Cr 51,9961	25 Mn 54,9380	26 Fe 55,847	27 Co 58,9332	28 Ni 58,69				
	29 Cu 63,546	30 Zn 65,38	31 Ga 69,723	32 Ge 72,59	33 As 74,9216	34 Se 78,96	35 Br 79,904	36 Kr 83,80						
5	Rb ³⁷ 85,4678	Sr ³⁸ 87,62	39 Y 88,9059	40 Zr 91,224	41 Nb 92,9064	42 Mo 95,94	43 Tc [98]	44 Ru 101,07	45 Rh 102,9055	46 Pd 106,42				
	47 Ag 107,8682	48 Cd 112,41	49 In 114,82	50 Sn 118,710	51 Sb 121,75	52 Te 127,60	53 I 126,9045	54 Xe 131,29						
6	Cs ⁵⁵ 132,9054	Ba ⁵⁶ 137,33	57 La* 138,9055	72 Hf 178,49	73 Ta 180,9479	74 W 183,85	75 Re 186,207	76 Os 190,2	77 Ir 192,22	78 Pt 195,08				
	79 Au 196,9665	80 Hg 200,59	81 Tl 204,383	82 Pb 207,2	83 Bi 208,9804	84 Po [209]	85 At [210]	86 Rn [222]						
7	Fr ⁸⁷ [223]	Ra ⁵⁸ [228]	89 Ac** [227]	104 Rf [261]	105 Db [262]	106 Sg [263]	107 Bh [262]	108 Hs [265]	109 Mt [266]	110 []				
LANTANOİDLƏR	Ce 58	Pr 59	Nd 60	Pm 61	Sm 62	Eu 63	Gd 64	Tb 65	Dy 66	Ho 67	Er 68	Tm 69	Yb 70	Lu 71
AKTİNOİDLƏR	Th 90	Pa 91	U 92	Np 93	Pu 94	Am 95	Cm 96	Bk 97	Cf 98	Es 99	Fm 100	Md 101	No 102	Lr 103

MÜNDƏRİCAT

Giriş	3
Laboratoriyada ümumi iş qaydaları, təhlükəsizlik tədbirləri vəhadisə baş verdikdə göstərilən ilk tibbi yardım	4
Laboratoriya işlərinin tərtib olunması	5
Mendeleyevin elementlərin dövrü cədvəli	6
Laboratoriya işləri	
Vəsfi kimyəvi analiz	8
1. I analitik qrup kationları	8
2. II analitik qrup kationları	17
3. III analitik qrup kationları	23
4. IV analitik qrup kationları	29
5. V analitik qrup kationları	35
6. VI analitik qrup kationları	43
7. I-VI analitik qrup kationları qarışığının analizi	48
8. Anionların analizi	53
9. Fərdi götürülmüş maddənin analizi	68
Miqdarı analiz və onun metodları	73
10. Qravimetrik təyinat. BaCl ₂ məhlulunda bariumun təyini	80
11. Titrimetrik analiz	84
Qələvi məhlulunun 0,1N xlorid turşusuna görə titrinin müəyyən edilməsi	88
12. Kompleksonometrik metod	91
CaCl ₂ duzunda kalsiumun təyini	93
13. Oksidimetriya	96
Permanqonometrik metodla Mor duzunda dəmirin təyini	98

1

VƏSFI KİMYƏVİ ANALİZ

İonların analitik qrupları

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- $H_2C_4H_4O_6$
- KCl
- $Na_3[Co(NO_2)_6]$
- $K[Sb(OH)_6]$
- NaCl
- $UO_2(CH_3COO)_2$
- NaOH
- NH_4Cl
- $K_2[HgJ_4]$ və KOH qarışığı
- sınaq şüşələri
- qaz lampası

İonların təyində kimyəvi metodlar

Maddə və materialların kimyəvi analizinin məqsədi – kimyəvi elementlər və onların birləşmələrinin aşkar edilməsi, identifikasiyası, ayrılması və təyini, eləcə də maddələrin kimyəvi tərkibini müəyyən etməkdir.

Komponentlərin identifikasiyası, maddə və ya maddələr qarışığının keyfiyyət - vəsfi tərkibinin təyini vəsfi analiz predmetidir. Vəsfli analiz müxtəlif metodlarla - kimyəvi, fiziki-kimyəvi, fiziki və bioloji aparıla bilər. Bu analizdə analitik siqnal kimyəvi reaksiyaların aparılması nəticəsində alınır. Analitik siqnal analitik əlamət adlanır.

Analiz olunan maddə analitik reagentin təsiri ilə qeyd oluna biləcək analitik əlamətlərlə alınan məhsulun əmələ gəlməsi ilə gedən kimyəvi çevrilmələr *analitik reaksiyalar* adlanır. Çöküntünün alınması, alovun rəngi, məhlulun rənginin dəyişməsi, qaz halında maddənin ayrılması əsas analitik əlamətlərdir. Təyin olunacaq komponentə təsir edən maddə analitik reagent və ya təyin ediləcək ion üçün reaktiv adlanır.

Çöküntünün əmələ gəlməsi zamanı, onun çökməsindən əlavə, rəngi, forması (kristal və ya amorf) da analitik siqnal ola bilər. Analitik metodları, reaksiyaları və reagentləri spesifik (xüsusi) və seçici (selektiv) olaraq iki yerə ayırırlar.

Spesifik metod, reaksiya və reagentlər verilmiş şəraitdə yalnız bir maddəni; seçici metod, reaksiya və reagentlər isə az miqdar maddəni təyin etməyə imkan verir.

Analitik reaksiyaların mühüm xarakteristikası onun seçiciliyidir. Seçiciliyə müəyyən üsullardan istifadə etməklə, reaksiya şəraitinə uyğunlaşdırılma və düzgün seçim etməklə nail olmaq olar.

Reaksiyanın getmə şəraiti faktorlarına pH, temperatur, kənar və təyin olunan ionların qatılığı, həlledicinin təbiəti (su, üzvi və ya üzvi-sulu mühit) aiddir. pH-ı, qatılığı dəyişməklə, maskalanma ilə, elementin oksidləşmə dərəcəsini və temperaturu dəyişməklə reaksiyalar və ya reagentləri daha seçici və ya daha spesifik etmək olar.

Seçiciliyinə görə reaktivləri 3 qrupa aid edirlər:

1. Spesifik reaktivlər – məsələn, nişasta yodun, NaOH və ya KOH NH_4^+ -ün təyində spesifik reaktivlərdir.
2. Selektiv reaktiv – məsələn, ammoniyak mühitində dimetilqlioksim Fe(II), Co(II), Ni(II), Zr(IV) və Th(IV) ilə reaksiyalarında selektiv reaktivdir.
3. Qrup reaktivlər – məsələn, HCl Ag(I), Hg(I), Tl(I), Pb(II)-ni xloridlər şəklində çökdürür və onlar üçün qrup reaktividir.

Xüsusi və ya spesifik reaktivlərlə bir maddə (ion) təyin edilir. Selektiv reaktivlər az miqdar maddə və ya ionla reaksiyaya girərək onları təyin edir, qrup reaktivlər isə müəyyən qrup ionları çökdürməklə başqa maddələrdən tamamilə ayırır. İonlarla az həll olan birləşmə əmələ gətirən qrup və selektiv reaktivlərin vəsfi kimyada böyük əhəmiyyəti vardır. Onlardan kationların analitik qruplara bölünməsinə istifadə olunur. Verilən qrup reaktivlər vasitəsilə çökdürülən ionlar analitik qrupu əmələ gətirir.

İonlar qarışığının analizi, təyin ediləcək ionun müəyyən edilməsi zamanı kənar ionların mane olması üzündən çətin analitik məsələdir. Belə ionlar maneçilik törədən (kənar) ionlar adlanır. Kənar maddələrin qatılığı artdıqca onun maneçilik təsiri də artır.

İonun təyini zamanı aşağıdakılar maneçilik təsirinə səbəb ola bilər:

1. Kənar ionun reaktiv təsiri ilə təyin ediləcək ionun əmələ gətirdiyi birləşməyə uyğun analitik signal verməklə analoji birləşmə əmələ gətirməsi,
2. Kənar ionların analitik signalın müşahidəsinə mane olan birləşmə əmələ gətirməsi,
3. Analitik reaksiyanın, reaktivin kənar iona sərfi nəticəsində getmə ehtimalının azalması.

Kənar təsirin aradan qaldırılması məqsədi ilə çökmə, ekstraksiya və xromatografiya üsullarından istifadə olunur.

Mane olan ionların pərdələnməsi. Mane olan ionun pərdələnməsi təyinat reaksiyasının aparıldığı fazada gedən və mane olan ionun qatılığını azaldan reaksiyadan istifadə etmək deməkdir. Mane olan ionun pərdələnməsi üçün kompleksmələgəlmə, turşu-əsas və oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarından istifadə edilir.

Real obyektlər həmişə çoxkomponentli, bir çox hallarda isə çoxfazalıdır. Hər bir ionu təyin etmək üçün məxsusi reaksiya şəraiti yaradılmalı, kənar ionların maneəsi aradan qaldırılmalı, analitik signal qeyd olunmalıdır.

Bunun iki həlli yolu var: *sistemli* və *fərdi* analiz.

Sistemli analiz – qrup reaktivinin köməyi ilə müəyyən qrup maddələri çökdürüb, başqa maddələrdən ayırmaqla həmin maddələri analiz etməyə əsaslanır. Sistemli analiz ən optimal analiz qaydasıdır. Hər bir qrup maddələr qrup reaktivini vasitəsi ilə yoxlanılır, onların analiz olunan materialda olub-olmaması analizdən aparılma vaxtını əhəmiyyətli dərəcədə azaldır.

Xüsusi və spesifik reaktivlərin köməyi ilə sistemli analizdən fərqli olan fərdi (kəsirli) analiz qaydası adlanan analiz aparılır. Bu zaman analiz olunan obyekt ayrı-ayrı qruplara bölünür, bu və ya digər ion ümumi məhlulda təyin edilir. Bu metodun öz sadəliyi və üstünlüyündən başqa, müəyyən şəraitdə mənfə cəhətləri də var, təyin olunan materialda çoxlu sayda maddələr olduqda spesifik reaktivlər artıq öz xüsusiyyətini itirir. Buna görə də çox elementli materialın analizində qrup reaktivlərindən istifadə etməklə ionlar müəyyən qrup halında ayrılır və onlar bu qrup daxilində analiz edilir.

Kənar təsir göstərən ionlar pərdələmə üsulları ilə ayrılır, daha selektiv və spesifik reaktivlər tətbiq edilir.

Fərdi analiz imkanları üzvi reaktivlər tətbiqindən sonra genişlənib. Bu reaktivin bir hissəsi təyin reaksiyalarının seçiciliyini artırmaq üçün sintez edilmişdir. Üzvi reaktivlərin geniş imkanları onların çoxluğu, müxtəlifliyi, yəni uyğun reaktivin tapılma imkanının çox olması, eyni zamanda onların müxtəlif xassəli - davamlı, həll olan, uçucu, rəngli, oksidləşmə-reduksiya xassələrinə və digər xüsusiyyətlərə malik kompleks əmələgətirmələri ilə bağlıdır.

Fərdi analiz qrup reaktivini ilə ayrılmış ionların təyini üçün tətbiq edilir.

Beləliklə, vəsfi kimyəvi analiz - əməliyyatları ardıcılıqla yerinə yetirməklə ionların əvvəlcə analitik qrupda, sonra ayrılıqda sistemli və ya fərdi metodlarla təyini.

Həm sistemli, həm də fərdi analiz metodlarını yerinə yetirərkən analitik ionların qatılığını məhlulda idarə etmək tarazlıqda olan reaksiyalarda tarazlığın yerdəyişməsi ilə mümkün olur. Analitik kimyada homogen və heterogen tarazlıq proseslərindən istifadə olunur. Homogen tarazlığa dissosiasiya, oksidləşmə-reduksiya, hidroliz, neytrallaşma, kompleksmələgəlmə reaksiyaları aiddir. Bu tarazlıqların hesablanması kütlələrin təsiri qanununa, oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarında oksidləşmə-reduksiya potensialına əsaslanır. Heterogen tarazlığa həll olma və çökmə, iki maye faza arasında ekstraksiyalı paylanma, və xromotoqrafik proseslər aiddir. Heterogen tarazlığın vəziyyətinin hesablanması fazalar arasındakı paylanma sabiti və həllolma hasilinə əsaslanır.

Analitik kimyada istifadə olunan reaksiyaların mühüm göstəricilərindən biri də həssaslıqdır. Reaksiya nə qədər həssas olarsa, analiz edilən maddənin bir o qədər az miqdarını asanlıqla təyin etmək olar.

Reaksiyanın həssaslığı bir-biri ilə əlaqədar olan iki kəmiyyətlə ifadə olunur: minimum tapıntı və minimum qatılıq. Müəyyən şəraitdə, müəyyən reaktivlə təyin edilməsi mümkün ola bilən maddənin ən az miqdarına **minimum tapıntı** deyilir. Göstərilən maddə miqdarı o qədər az olur ki, onu qram və milliqramlarla ifadə etmək çətinlik törədir. Ona görə də minimum tapıntı vahidi olaraq mikroqram qəbul edilmişdir ($1\gamma=0,00001q=0,001mq$). Əgər təyin ediləcək maddənin qatılığı bu həddən azdırsa, analitik formanın qatılığı o qədər az olacaqdır ki, analitik signal qeyd oluna bilməyəcək. Reaksiyanın həssaslığını təyin edərkən analiz edilən məhlulun qatılığını təyin etmək lazımdır. Bununla əlaqədar olaraq reaksiyanın həssaslığı həm də durulaşma həddi ilə əlaqədardır. Durulaşma həddi – maddənin məhlulda təyin edilən kütləsinin həlledicinin kütləsinə və ya həcminə olan nisbətində deyilir. Əgər təyin ediləcək ionun qatılığı durulaşma həddindən az olarsa, onu təyin etmək mümkün olur.

Fiziki metodlar vasitəsilə bərk nümunələrdə elementlər 10^{-15} q minimum tapıntı ilə təyin edilə bilər. Kimyəvi metodlarda üzvi birləşmələri tətbiq etməklə minimum tapıntıya aşağı salmaq mümkün olur (xüsusilə, üzvi birləşmə təyin edilən ionla qarışıq - liqand komplekslər əmələ gətirdikdə).

Reaksiyanın yerinə yetirilməsi texnikası və üsulları

Hər hansı bir maddənin kimyəvi analizi üçün iki əsas üsul var: “quru” və “yaş”

“**Quru**” üsulda maddəni tədqiq etmək üçün onu və müvafiq reaktiv quru halda qarışdırıb yüksək temperaturda əridir və əmələ gələn dəyişiklik müşahidə olunur. Analizin bu üsuluna pirokimyəvi analiz deyilir.

“**Yaş**” üsulda tədqiq edilən maddə əvvəlcə həll edilir, alınan məhlul analiz olunur. Vəfsi kimyəvi analizdə təyinatların əksəriyyəti bu üsulla aparılır.

Sınaq şüşəsində reaksiya – yəni **yarımikrokimyəvi** metodda həcmələr damcılarla ölçülür, çöküntülər sentrifuqa vasitəsilə ayrılır.

Mikrokristalloqrafik analizdə reaksiyalar saat şüşəsində aparılır. Bu zaman mikroskop altında təqribən 75 dəfə böyüdülmüş, xarakterik formalı kristalların alınması müşahidə edilir. Tədqiq olunan maye ilə reaktiv şüşə çubuqla yan-yan qarışdırırlar. Qarşılıqlı diffuziya nəticəsində çöküntü əmələ gəlir.

Damcı analizi . Süzgəc (filtr) kağızının üzərində, saat şüşəsi və ya çini lövhəcikdə aparılır. Bunun üçün bir parça süzgəc kağızının üzərinə analiz ediləcək maddədən bir damcı, yaxud bir az quru halda qoyulur, sonra bir damcı reaktiv əlavə edilir. Bu zaman süzgəc kağızında rəngli ləkə, ya da rəngli çöküntü alınır. Buna əsasən təyin ediləcək maddənin varlığı haqqında mühakimə yürüdürlər.

Ekstraksiyadan istifadə etməklə aparılan analiz. Hər hansı bir maye həlledicidə həll olmuş maddənin, həmin həlledici ilə qarışmayan digər mayədə həll edilərək ayrılmasına **ekstraksiya** deyilir. Ağzı tıxacla bağlı sınaq şüşəsinə bir neçə damcı analiz olunan məhlul, reaktiv və üzvi həlledici yerləşdirilir. Su və üzvi həlledicinin həcm nisbəti, adətən, 1:4 götürülür. Bağlı sınaq şüşəsi 1-2 dəqiqə qarışdırılır, laylaşmadan sonra rəngin dəyişməsi və ya üzvi fazanın lyüminisensiyası müşahidə edilir.

Flotasiyadan istifadə etməklə aşkarlanma ekstraksiyada olan metodikadakı kimidir. Əgər çöküntü üzvi və su fazası sərhəddindədirsə, minimum tapıntı xeyli aşağı düşür. Belə ki, Ni^{2+} -in dimetilqlioksimlə təyini zamanı minimum tapıntı müxtəlif üsullarla təyində aşağıdakı kimi olur:

Sınaq şüşəsində -1,4 mkq

Damcı üsulunda – 0,16 mkq

Su-efir sərhəddində flotasiya -0,002 mkq

Lüminisent reaksiyaları, adətən, filtr kağızında və ya saat şüşəsində, az hallarda sınaq şüşələrində aparırlar. İşıqlanma (fluorensensiya və ya fosforensensiya) qarışıqların iştirakı, reaksiyaya girən maddələrin qatılığı, həlledicinin təbiəti və temperaturdan asılıdır, buna görə də onları apararkən əvvəlcə yoxlama təcrübə aparmaq lazımdır. Yoxlama üçün götürülən təyin ediləcək iondan başqa digər komponentləri olan məhluldan bir damcı və analiz olunan məhluldan da bir damcı filtr kağızında yanaşı yerləşdirilir. Məhluldan damcılar filtr kağızına adi qayda ilə tökülür. Nəm ləkələr havada qurudulur və

ultrabənövşəyi işıq düşdükdə lyuminisensiya müşahidə edilir. Bir çox hallarda damcı reaksiyaları aşağı temperaturda aparılır. Bunun üçün pinsetlə kağızı 20-30 saniyə maye azota salır, götürdükdən sonra ultrabənövşəyi işıqda baxırlar.

Katalitik reaksiyaları, adətən, sınaq şüşəsində aparırlar. Təyin olunacaq ion iştirak etdikdə katalizatorun reaksiya sürətini kəskin artırdığı müşahidə edilir.

İonların analitik qrupları

Müxtəlif ionların qarışığı olan məhlulu tədqiq edərkən bu ionların hər birini uyğun spesifik reaktivlə bilavasitə təyin etmək həmişə mümkün olmur. Ona görə də belə qarışıq qrup reaktivlərinin köməyi ilə qruplara ayrılır və ardıcıl analiz edilir.

Kationlar və anionlar müxtəlif təsnifatlara görə analitik qruplara ayırılır. Kationların ən geniş yayılmış təsnifatı hidrogen-sulfid və turşu- qələvi analiz metodudur. Hər iki təsnifat ionların hidrokسيد və duzlarının həllolmasına əsaslanır. Hər kation qrupunun uyğun qrup reaktivləri var. Qrup reaktivləri kimi elə reaktiv seçilir ki, onun bu qrupa daxil olan ionların hamısı ilə eyni şəraitdə reaksiyaya girərək, bu kationları kifayət qədər dəqiq ayırmaq və təyin etmək xassələri olsun.

Hidrogen-sulfid təsnifatı – klassik üsuldür. Bu üsul sulfid, hidrokسيد, karbonat və xloridlərin həll olmalarının müxtəlifliyinə əsaslanır. Qrup reaktivləri olaraq xlorid turşusu, hidrogen-sulfid, ammonium-sulfid, ammonium-karbonat götürülür. Hidrogen-sulfid üsulunda kationlar beş analitik qrupa bölünür. Bəzi kationların hidrogen-sulfid üsulu ilə təsnifatı aşağıdakı cədvəldə verilmişdir.

Kationların analitik qrupu (hidrogen-sulfid metodu)

Qruplar	Kationlar	Qrup reaktivləri
I	Na^+ , K^+ , NH_4^+ , (Mg^{2+})	-
II	Ba^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (ammonyak məhlulunda)
III	Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (ammonyak məhlulunda)
IV	Hg^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , As (III), As(V)	H_2S (0,3 N HCl məhlulunda)
V	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	HCl

Turşu-qələvi təsnifatı – kationların xlorid və sulfatlarının suda həll olmalarının, hidrokسيدlərinin suda, qələvinin artığında və ammonyakın suda məhlulunda həll olmalarının müxtəlifliyinə əsaslanır. Bu təsnifatda qrup reaktivləri olaraq xlorid və sulfat turşuları, qələvi və ammonyakın suda məhlulundan istifadə edilir. Kationlar altı analitik qrupa bölünür. Onların turşu-qələvi təsnifatı ixtisarla aşağıdakı cədvəldə göstərilir.

Kationların analitik qrupu (turşu-qələvi metodu)

Qruplar	Kationlar	Qrup reaktivləri	Qısa xarakteristika
I	Na^+ , K^+ , NH_4^+	-	-
II	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	HCl	Xloridləri suda və duru turşularda həll olmur
III	Ba^{2+} , Ca^{2+}	H_2SO_4	Sulfatları suda və duru turşularda həll olmur
IV	Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , As(III), As(V)	NaOH (artığı)	Hidrokسيدləri qələvinin artığında həll olur
V	Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+}	NaOH	Hidrokسيدləri

	,Bi ³⁺		qələvinin artığında və ammoniyakda həll olmur
VI	Hg ²⁺ , Cu ²⁺	Ammonyakın suda məhlulu	Hidroksidləri qələvinin artığında həll olmur, ammoniyak məhlulunda isə həll olur

Vəsaitdə kationların turşu-qələvi təsnifatı verilir.

I analitik qrup kationları

I qrup kationlarına K⁺, Na⁺, NH₄⁺ ionları daxildir. Digər qrup kationlarından fərqli olaraq, natrium, kalium və ammonium duzları suda yaxşı həll olur.

K⁺, Na⁺ və NH₄⁺ kationları rəngsizdir. NaOH və KOH qüvvətli, NH₄OH isə zəif əsasdır. NH₄OH otaq temperaturunda ammoniyak və suya parçalanır. Zəif turşuların Na və K duzları, ammoniumun isə bütün duzları hidrolizə uğrayır.

I qrup kationlarının qrup reaktiv, yəni, bu qrupun bütün kationlarını eyni vaxtda çökdürən reaktiv, yoxdur.

Ammonium duzları qızdırıldıqda asanlıqla parçalanır. Bu xüsusiyyətdən istifadə edərək ammonium duzlarını I qrupun digər kationlarının duzlarından kənar edirlər.

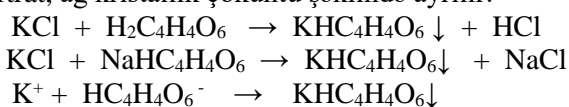
K⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. *Alovun rənglənməsi.* Kaliumun uçucu duzları rəngsiz qaz alovunu bənövşəyi rəngə boyayır.

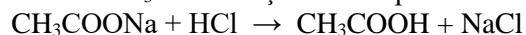
İŞİN GEDİŞİ: Kalium duzunu (KCl) xlorid turşusu ilə isladır və nazik nixrom və ya platin naqıl üzərinə çəkib, əvvəlcə alovun əsas hissəsi, sonra isə yüksək temperaturu hissəsinə tuturlar. K⁺ ionları alovu bənövşəyi rəngə boyayır.

Natrium duzlarının cüzi miqdarı belə kalium ionunun təyininə mane olur. Belə ki, natrium ionunun sarı alovunu, kalium ionlarının verdiyi bənövşəyi rəng pərdələyir.

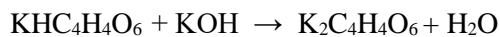
2. *H₂C₄H₄O₆ –çaxır turşusu və ya NaHC₄H₄O₆ –natrium-tartrat* məhlulda kifayət qədər olduqda, kalium-hidrotartrat, ağ kristallik çöküntü şəklində ayrılır:



Çöküntü mineral turşularda həll olur. Ona görə də reaktiv kimi çaxır turşusu istifadə edildikdə, reaksiya natrium-asetatın CH₃COONa iştirakı ilə aparılır.



Qələvilərin duru məhlullarında suda həllolan normal duzlar əmələ gəlir:



Deməli, reaksiyanı neytral və ya zəif turş mühitdə aparmaq lazımdır. Temperaturun artması ilə KHC₄H₄O₆ –in həllolması artır. Buna görə də, reaksiya soyuq mühitdə aparılmalıdır.

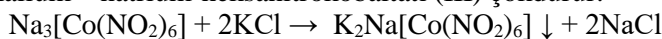
Bu çöküntü ifrat doymuş məhlul əmələ gətirir. Kristalların əmələ gəlməsini sürətləndirmək üçün mexaniki təsir (sürtmək, çalxalamaq) tələb olunur. Reaksiyanın həssaslığı azdır.

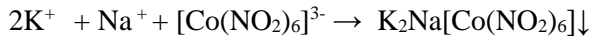
NH₄⁺ ionu bu təyin reaksiyasına mane olur, belə ki, reaktiv bu ionla ağ kristallik çöküntü əmələ gətirir.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı kalium-xlorid məhlulu və 3 damcı reaktiv tökülür. Soyuq su axını vasitəsilə sınaq şüşəsi soyudulur, eyni vaxtda çöküntünün çökmə sürətini artırmaq məqsədilə şüşə çubuq sınaq şüşəsinin divarlarına sürtülür.

Əgər reaksiya çaxır turşusu ilə aparılırsa, məhlula 1 damcı CH₃COONa əlavə edilir.

3. *Natrium –heksanitrokobaltat(III)* –Na₃[Co(NO₂)₆] neytral və ya zəif turş mühitdə sarı rəngli kristallik kalium – natrium-heksanitrokobaltatı (III) çökdürür:



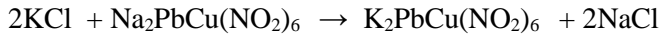
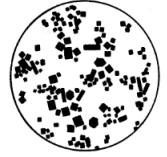


Ammonium duzları ilə də müvafiq çöküntü alınır, bu səbəbdən reaksiyanı bu duzları kənar etməklə aparmaq lazımdır.

Bu K^+ ionu üçün ən xarakterik reaksiya olmaqla çox həssasdır.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı kalium duzu məhluluna 2 damcı reaktiv əlavə olunur.

4. *Mikrokristaloskopik reaksiya*- $Na_2PbCu(NO_2)_6$ natrium, qurğuşun və misin (II) üçlü nitritləri kalium duzları ilə reaksiyaya girərək, qəhvəyi rəngli (və ya qara), kubşəkilli xarakterik kristallar əmələ gətirir:



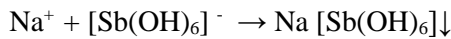
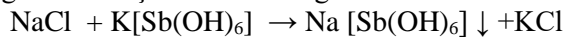
NH_4^+ ionu bu reaktivlə müvafiq kristallar əmələ gətirdiyindən təyinə mane olur.

İŞİN GEDİŞİ: Saat şüşəsi üzərinə 1 damcı kalium duzu məhlulu tökülür və onu ehtiyatla quruyana qədər buxarlandırılır. Soyumuş çöküntünü reaktivin ($Na_2PbCu(NO_2)_6$) bir damcısı ilə işləyir və əmələ gələn kristalları mikroskop altında müşahidə edirlər.

Na⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. *Alovun rənglənməsi*. Na^+ duzları rəngsiz qaz alovunu sarı rəngə boyayır. Reaksiya çox həssasdır. İşin gedişi K^+ ionları üçün olduğu kimidir.

2. *Kalium-heksahidroksostibiət (V)* - $K[Sb(OH)_6]$ natrium duzları ilə neytral və ya zəif əsası mühitdə ağ kristallik çöküntü əmələ gətirir:



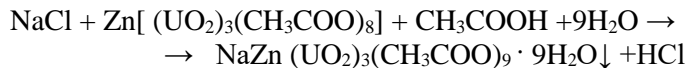
Reaksiyanı turş mühitdə aparmaq olmaz. Belə ki, reaktiv hidroliz edərək, amorf çöküntü – metastibiət turşusuna çevrilir. Təyinat qüvvətli qələvi mühitində də mümkün deyil. Çünki, bu halda çöküntü həll olur. Natrium – heksahidroksostibiətin (V) suda az da olsa həll olmasını nəzərə alaraq, Na^+ ionunun təyini qatı məhlullarda (0.5N-dan az olmayaraq) aparmaq lazımdır. $Na[Sb(OH)_6]$ –in həllolması temperaturun artması ilə artır. Bu səbəbdən reaksiyanı soyuqda aparırlar. Na^+ məhluluna reaktiv əlavə etdikdən sonra sınaq şüşəsinin divarlarını şüşə çubuqla sürtmək lazımdır.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Na duzu məhluluna 3 damcı reaktiv əlavə edilir. Su vasitəsilə soyudulur, şüşə çubuqla sürtülərək, kristalların əmələ gəlməsi sürətləndirilir.

3. *Mikrokristaloskopik reaksiya*. Uranil asetat $UO_2(CH_3COO)_2$ Na duzu məhlulunda sarı kristallik çöküntü verir:



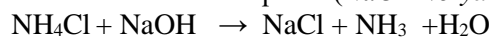
Reaktiv kimi sink-uranilasetatdan $Zn[(UO_2)_3(CH_3COO)_8]$ da istifadə etmək olar.



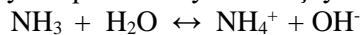
İŞİN GEDİŞİ: Saat şüşəsinə 1 damcı Na duzu məhlulu tökülür, üzərinə 1 damcı asetat turşusu əlavə edilir və quruyana qədər buxarlandırılır. Quru qalığa 2 damcı reaktiv əlavə edildikdə sarı rəngli tetraedrik kristallar əmələ gəlir ki, bunları da mikroskop altında müşahidə etmək olur.

NH_4^+ kationunun təyini reaksiyaları

1. Ammonium duzu məhluluna qələvi ($NaOH$ və ya KOH) əlavə etdikdə ammonyak ayrılır:



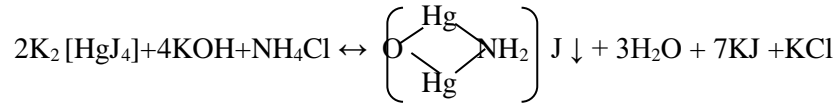
Ayrılan ammonyakı qırmızı və ya bənövşəyi lakmus kağızı (nəm) vasitəsilə təyin etmək olar:



Əmələ gələn OH^- ionu lakmusu göy rəngə boyayır. NH_4^+ duzlarının qatılığı kifayət qədər olduqda ayrılan ammonyakı iyinə əsasən də təyin etmək olar.

İŞİN GEDIŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı NH_4^+ duzu məhlulu töküüb, sınaq şüşəsinin divarlarına toxunmamaq şərti ilə üzərinə 3-4 damcı 2N NaOH məhlulu əlavə edilir, sınaq şüşəsinə islanmış lakmus kağızı tutaraq, onu su hamamında qızdırırlar. Lakmus kağızında göy ləkələr əmələ gəlir.

2. *Nessler reaktivi* ($\text{K}_2[\text{HgJ}_4]$ və KOH qarışığı). NH_4^+ duzları ilə qırmızı – qonur rəngli çöküntü verir:



K^+ və Na^+ ionları təyinatə mane olmur. Reaksiya çox həssasdır və NH_4^+ ionu üçün səciyyəvidir. Əmələ gələn çöküntünün rənginin intensivliyi NH_4^+ ionlarının qatılığından asılıdır.

İŞİN GEDIŞİ: 1 damcı ammonium duzu məhluluna 3 damcı Nessler reaktivi əlavə edilir.

I analitik qrup kationları qarışığının analizi

1. *NH_4^+ ionunun təyini.* Əvvəlcə, məhlulda NH_4^+ ionunun varlığını yoxlamaq lazımdır. Çünki, NH_4^+ ionu Na^+ və K^+ ionlarının təyinatə mane olur.

Analiz olunan məhluldan 1-2 damcı sınaq şüşəsinə tökülür və üzərinə 3-4 damcı Nessler reaktivi əlavə olunur. Qırmızı – qonur çöküntünün əmələ gəlməsi məhlulda NH_4^+ ionlarının varlığını göstərir.

Nessler reaktivi olmadıqda NH_4^+ ionlarının varlığını qələvi məhlulu ilə yoxlamaq olar. Yaş lakmus kağızının göyerməsi bu ionun varlığını göstərir.

Analizin sonrakı gedişi məhlulda NH_4^+ ionlarının olub-olmamasından asılıdır.

Ammonium duzlarının olmadığı halda, məhlulda Na^+ və K^+ ionlarının təyinatı aparılır.

2. *Na^+ ionunun təyini.* Sınaq şüşəsinə 3-4 damcı tədqiq olunan məhluldan töküüb, mühit lakmus vasitəsilə təyin edilir. Bunun üçün tədqiq olunan məhlulun 1 damcısı şüşə çubuq vasitəsilə lakmus kağızı üzərinə tökülür. Əgər mühit turşursa ($\text{pH} < 7$), məhlula zəif əsasi mühit əmələ gələnə qədər damcı-damcı KOH məhlulu əlavə edilir. Hər tökülən damcıdan sonra, mühiti lakmusla yoxlamaq lazımdır. Lazım olan zəif əsasi mühit alındıqda, məhlula 5 damcı kalium heksahidroksostibiət (V) $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ əlavə edilir. Reaksiya soyuq su altında, sınaq şüşəsinin divarlarını şüşə çubuqla sürtməklə aparılır. Ağ kristallik çöküntünün əmələ gəlməsi, xüsusilə də, sınaq şüşəsinin divarlarında əmələ gələn çöküntü məhlulda Na^+ ionlarının olmasını göstərir.

3. *K^+ ionunun təyini.* Sınaq şüşəsinə 3 damcı tədqiq olunan məhluldan töküüb, üzərinə 2-3 damcı natrium – heksanitrokobaltat (III) əlavə edilir. Çökən sarı rəngli çöküntü kalium ionlarının varlığını göstərir.

Ammonium duzlarının iştirakında təyinatı aparmazdan əvvəl ammonium ionlarını kənar etmək lazımdır, belə ki, onlar Na^+ və K^+ ionlarının təyinatə mane olur. Bunun üçün tədqiq olunan məhluldan 1 ml kiçik çini fincana töküüb, ehtiyatla buxarlandıraraq qurudulur, zəif alovda qızdırılır, daha sonra ammonium duzları parçalanana qədər közərdilir. Bu əməliyyatı sorucu şkafda aparmaq lazımdır. Ağ buxarların ayrılması kəsilənə qədər kasadakı qalıq 10-15 dəqiqə də qızdırılır, soyudulur, bir qədər distillə suyu əlavə edilir, kasanın divarları da distillə suyu ilə yuyulur. Məhluldan 2 damcı sınaq şüşəsinə töküüb, üzərinə 3-4 damcı Nessler reaktivi əlavə edilir. Qırmızı-qonur rəngli çöküntü əmələ gəlmərsə, deməli, ammonium duzları tam kənar edilmişdir. Əgər duzlar tam kənar edilməyibsə, onda məhlul yenidən qurudulur və közərdilir. Proses Nessler reaktivi ilə yoxladıqda çöküntü əmələ gəlməyə nə qədər təkrar olunur.

Ammonium duzları tam kənar edildikdən sonra, məhlulda Na^+ və K^+ ionlarının təyinatı yuxarıdakı kimi aparılır.

Na^+ ionlarının təyini zamanı mühiti təyin etməyə ehtiyac yoxdur, belə ki, közərtmədən sonra turşu qalmır.

Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

2 II analitik qrup kationları

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

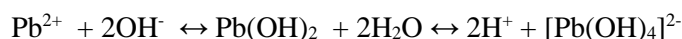
- HCl
- KOH
- H₂SO₄
- KJ
- K₂CrO₄
- HNO₃
- NH₄OH
- AgNO₃
- Na₂S₂O₃
- Hg₂(NO₃)₂
- sınaq şüşələri
- qaz lampası

NƏZƏRİ HİSSƏ

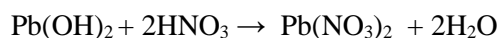
II analitik qrup kationlarına Pb²⁺, Hg₂²⁺, Ag⁺ ionları daxildir. Bu kationların duzlarının hamısı, demək olar ki, suda pis həll olur. Onların yalnız nitratları və bəzi asetatları (gümüş-asetat və qurğuşun 2-asetat) suda yaxşı həll olur. Pb²⁺, Hg₂²⁺, Ag⁺ kationları rəngsizdir.

Ag⁺ və Hg⁺ hidrokksidləri davamsız birləşmələrdir, alınan kimi uyğun oksid və suya parçalanır. Qurğuşun 2-hidroksid Pb(OH)₂ çətin həll olan zəif elektrolitdir və amfoter xassəlidir.

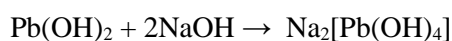
Dissosiasiya etdikdə H⁺ və OH⁻ ionları əmələ gətirən hidrokksidlər amfoter hidrokksidlər adlanır:



Pb(OH)₂-ə turşu əlavə etdikdə H⁺ ionlarının qatılığı artır. Le-Satelye prinsipinə görə bu zaman Pb(OH)₂-in turşu kimi dissosiasiyası azalır, əsas kimi isə qüvvətlənir. Nəticədə, Pb(OH)₂ həll olaraq kationu Pb²⁺ olan duz əmələ gətirir:



Pb(OH)₂ -ə əsas əlavə etdikdə məhlulda OH⁻ ionlarının qatılığı artır. Sistemin tarazlığı pozulur. Pb(OH)₂ - in dissosiasiyası turşu tipli olur. Əsasla qarşılıqlı təsir nəticəsində hidrokksoduzlar əmələ gəlir:



II qrup kationlarının duzları hidrolizə uğrayır və məhlulda mühit turş olur.

Pb^{2+} , Ag^+ və Hg^{2+} ionları kompleksmələgətirmə qabiliyyətinə malikdir. Ag^+ ionları NH_3 , CN^- , SO_3^{2-} , və s. ilə kompleks ion əmələ gətirir. Bu xüsusiyyətinə görə Ag^+ duzlarını ($AgCl$, $AgBr$ və s) həll olan kompleks duzlar şəklində məhlula keçirmək olur.

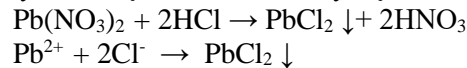
II analitik qrup kationları üçün qrup reaktivi duru xlorid turşusu və ya onun duzlarıdır. Qrup reaktivi ilə təsir etdikdə ağ çöküntü - $PbCl_2$, $AgCl$, $HgCl_2$ – məhluldan ayrılır.

Pb^{2+} ionları xlorid turşusu ilə tam çökmür. Bir neçə qrup ionlarının birlikdə analizində Pb^{2+} III qrupa düşür və H_2SO_4 ilə çökdürülür.

Pb^{2+} və Hg^{2+} ionlarının həll olan birləşmələri zəhərlidir.

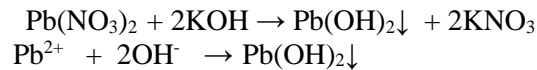
Pb^{2+} kationunun təyini reaksiyaları

1. *Xlorid turşusu və digər həllolan xloridlər* orta qatılıqlı məhlullardan Pb^{2+} - ionunu $PbCl_2$ – ağ çöküntü şəklində ayırır. Bu çöküntü isti suda yaxşı həll olur:



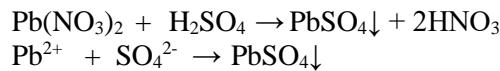
İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə qurğuşun (II) –nitrat $Pb(NO_3)_2$ məhlulundan 2 damcı töküüb, üzərinə 2 damcı HCl əlavə edilir. Çöküntü əmələ gələn məhlula 0,5 ml distillə suyu əlavə edib, su hamamında qızdırılır. Çöküntünün həll olması müşahidə edilir, məhlul soyuduqda isə yenidən çöküntü əmələ gəlir.

2. *Qələvilər* ikivalentli Pb duzlarını məhlullarından ağ rəngli $Pb(OH)_2$ çöküntü şəklində ayırır.



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Pb duzu üzərinə əvvəlcə 1 damcı, sonra isə artıqlaması ilə qələvi tökülür, çöküntünün əmələ gəlməsi və tədricən həll olması müşahidə edilir.

3. *Sulfat turşusu* və həll olan sulfatlar qurğuşunu duzlarından ağ rəngli çöküntü $PbSO_4$ ayırır:

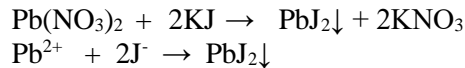


Çöküntü 10-15%-li qələvi məhlulunda qızdırıldıqda həll olur:



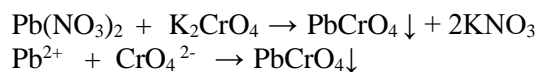
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Pb duzu məhluluna 2 damcı H_2SO_4 əlavə edərək çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

4. *Kalium-yodid* KJ –qurğuşun duzları ilə qarşılıqlı təsirdə olduqda, sarı rəngli qurğuşun 2-yodid PbJ_2 çökür.



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı qurğuşun-2-nitrat məhluluna 2 damcı KJ məhlulu əlavə edilir. Çöküntü ayrılan məhlula 0,5 ml H_2O və 3-4 damcı duru sirkə turşusu məhlulu tökülür, 2 dəqiqə su hamamında qızdırılır. Məhlulu soyuq su altında soyutduqda həll olmuş çöküntü yenidən qızılı pulcuqlar şəklində əmələ gəlir.

5. *Kalium-xromat* K_2CrO_4 və ya *natrium-xromat* Na_2CrO_4 ikivalentli Pb duzlarını məhluldan sarı rəngli çöküntü $PbCrO_4$ şəklində ayırır:

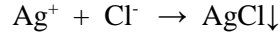
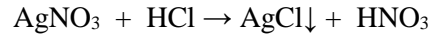


Çöküntü sirkə turşusunda həll olmur, lakin nitrat turşusunda və qələvilərdə həll olur. Reaksiya həssasdır və Pb^{2+} ionları üçün səciyyəvidir.

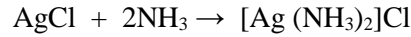
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı ikivalentli Pb duzu məhluluna 2 damcı kalium-xromat məhlulu əlavə edib, çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

Ag⁺ kationunun təyini reaksiyaları

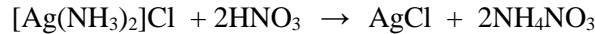
1. *Xlorid turşusu və həll olan xloridlər* neytral və turş məhlullardan Ag⁺ ionlarını ağ rəngli kəsmikvarı çöküntü – AgCl şəklində ayırır:



Çöküntü ammonyakın artığında həll olaraq, kompleks duz əmələ gətirir:

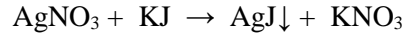


Bu duzun məhluluna qatı nitrat turşusu ilə təsir etdikdə parçalanır, yenidən AgCl çökür:



İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı AgNO₃ məhlulu töküüb, üzərinə 2 damcı duru HCl əlavə edilir. Çöküntü əmələ gəlmiş məhlula 5 damcı qatı ammonium-hidroksid əlavə edilir, çöküntü həll olana qədər məhlul çalxalanır. Sonra 6 damcı HNO₃ əlavə edib, yenidən çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

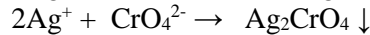
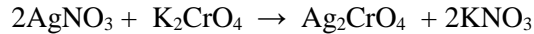
2. *Kalium-yodid KJ* – Ag⁺ ionu ilə açıq-sarı rəngli AgJ çökütüsü verir:



AgJ AgCl-dən fərqli olaraq NH₄OH məhlulunda həll olmur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı AgNO₃ məhlulu üzərinə 2 damcı KJ məhlulu əlavə edərək, AgJ çöküntüsünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

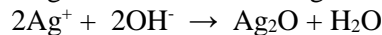
3. *Kalium-xromat K₂CrO₄* gümüş ionlarını məhluldan qırmızı – kərpici rəngli çöküntü Ag₂CrO₄ şəklində ayırır:



Ag₂CrO₄ NH₄OH məhlulunda və HNO₃-də həll olur.

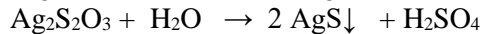
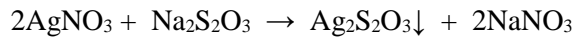
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı AgNO₃ məhluluna 2 damcı K₂CrO₄ əlavə edilir, çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

4. *Qələvilər* Ag duzları məhlullarından qəhvəyi rəngli çöküntü - gümüş oksidi – Ag₂O ayırır:



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı AgNO₃ məhluluna 2 damcı qələvi məhlulu əlavə olunur, çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

5. *Natrium – tiosulfat Na₂S₂O₃* - Ag⁺ ionlarını ağ çöküntü şəklində çökdürür, lakin bu çöküntü əvvəl saralır, sonra bozarır və nəhayət qaralır:

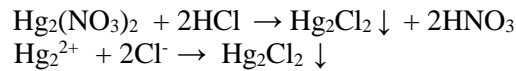


Ag₂S₂O₃ çöküntüsü natrium-tiosulfatın artığında həll olaraq kompleks duz əmələ gətirdiyindən, çöküntü yalnız Ag⁺ ionlarının artıq miqdarında əmələ gəlir.

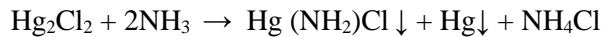
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı AgNO₃ məhluluna 1 damcı Na₂S₂O₃ məhlulu əlavə etməklə əmələ gələn çöküntünün rənginin dəyişməsi müşahidə edilir.

Hg₂²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. *Xlorid turşusu və həll olan xloridlər* Hg₂²⁺ ionunu civə 1-xlorid Hg₂Cl₂ (kamel) – ağ rəngli çöküntü şəklində ayırır:

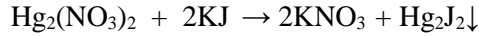


Ammonyaklı su çöküntünü qara rəngə boyayır. Belə ki, qara rəngli Hg çökür:

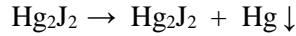


İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı civə 1 - nitrata $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ 2 damcı duru HCl əlavə edilir. Çöküntü olan məhlulda 3 damcı NH_3 məhlulu əlavə olunur, çöküntünün qaralması müşahidə edilir.

2. *Kalium-yodid* KJ – civə (I) duzları məhlulundan yaşıl rəngli civə 1-yodidi Hg_2J_2 çökdürür.

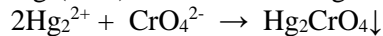
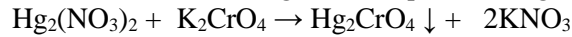


Çöküntü asanlıqla civə 2–yodid və civəyə parçalanır və rəngi qaralır:



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ məhluluna 2 damcı KJ məhlulu əlavə olunur. Çöküntünün əmələ gəlməsi və rəngin dəyişməsi müşahidə edilir.

3. *Kalium-xromat* K_2CrO_4 ilə Hg_2^{2+} ionu qırmızı rəngli çöküntü Hg_2CrO_4 əmələ gətirir:



Çöküntü qələvilərdə və duru sirkə turşusunda həll olmur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ məhluluna 2 damcı K_2CrO_4 məhlulu əlavə olunur, çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

II Analitik qrup kationları qarışığının analizi

1. *II qrup kationlarının çökdürülməsi:* 2 ml tədqiq olunan məhlulda çöküntünün əmələ gəlməsi dayanana qədər damcı-damcı HCl (1:3) əlavə edilir. Hər damcıdan sonra məhlul qarışdırılır. Tam çökmədən sonra çöküntü sentrifuqa vasitəsilə ayrılır. Ayrılan çöküntü AgCl , Hg_2Cl_2 , PbCl_2 ibarətdir.

2. *Çöküntünün tədqiqi:*

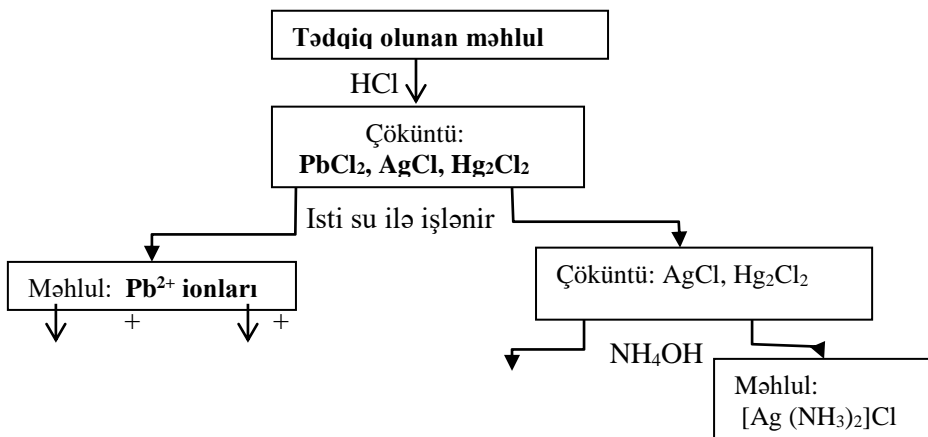
a) *Pb^{2+} ionunun təyini:* çöküntüyə 1ml isti su əlavə edilir, şüşə çubuqla sürtülür və qaynayan su hamamında durulmağa qoyulur. Bu zaman PbCl_2 məhlulda keçir. İki sınaq şüşəsinin hər birinə bir neçə damcı analiz olunan məhluldan töküb, birinciyə 2 damcı KJ, ikinciyə 2 damcı K_2CrO_4 məhlulu əlavə edilir. Hər iki sınaq şüşəsində əmələ gələn çöküntü Pb^{2+} ionunun olmasını göstərir.

Əgər məhlulda Pb^{2+} varsa, onu çöküntüdən kənar etmək lazımdır. Bunun üçün çöküntüyə 1,5-2 ml isti su əlavə edilir, qarışdırılır və qaynayan su hamamında 2 dəqiqə qızdırılır. İsti məhlul ayrılır. Bu əməliyyatı, məhlulda K_2CrO_4 vasitəsilə Pb^{2+} ionlarının olmaması təsdiq olunana qədər təkrar etmək lazımdır.

b) *Hg_2^{2+} ionunun təyini.* Çöküntüyə (isti su ilə işlədikdən sonra) 1 ml qatı ammonyak məhlulu əlavə edilir, qarışdırılır. Bu zaman AgCl kompleks duz - $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ şəklində məhlulda keçir. Çöküntünün ammonyakla işlədikdə qaralması civə(I) ionlarının varlığını göstərir. Çöküntü sentrifuqa vasitəsilə ayrılır və şəffaf məhlul digər sınaq şüşəsinə keçirilir.

v) *Ag^+ ionunun təyini.* Hg_2^{2+} ionları ayrıldıqdan sonra qalan məhluldan 3 damcı sınaq şüşəsinə töküb, üzərinə 4-5 damcı qatı HNO_3 əlavə edilərək qarışdırılır. Ağ rəngli kəsmiyə oxşar çöküntünün – AgCl –in çökməsi məhlulda Ag^+ ionlarının olduğunu göstərir.

II Analitik qrup kationları qarışığının analiz sxemi



KJ

Sarı çöküntü:
 PbJ_2

 K_2CrO_4

Sarı çöküntü:
 $PbCrO_4$

Qara çöküntü:
 $Hg(NH_2)Cl + Hg$

 $HNO_3 \downarrow$

Ağ çöküntü: $AgCl$

Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

3

III analitik qrup kationları

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- H₂SO₄
- NH₄Cl
- K₄[Fe(CN)₆]
- CaCl₂
- (NH₄)₂C₂O₄
- CH₃COONa
- K₂Cr₂O₇
- K₂CrO₄
- CH₃COOH
- (NH₄)₂CO₃
- BaCl₂
- SİNAQ ŞÜŞƏLƏRİ
- QAZ LAMPASI

III analitik qrupa ikivalentli metal ionları: Ba²⁺, Sr²⁺ və Ca²⁺ daxildir. Bu kationlar rəngsizdir. Onların halogenli birləşmələri, nitratları və asetatları suda yaxşı həll olur. Hidroksidləri qüvvətli elektrolitlərdir və onların həll olması Ba(OH)₂ → Sr(OH)₂ → Ca(OH)₂ sırasında azalır.

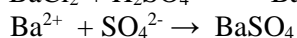
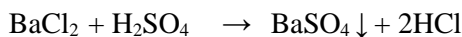
BaSO₄, CrSO₄ və CaSO₄ suda pis həll olur, bu səbəbdən də qrup reaktivli sulfat turşusudur. Ən pis həll olan BaSO₄, daha yaxşı həll olan CaSO₄-dir. Sulfat turşusu bu ionlar olan məhlulə əlavə edildikdə BaSO₄ dərhal çökür, bir qədər sonra SrSO₄, CaSO₄ isə yalnız kalsium duzlarının qatı məhlullarında çökür. CaSO₄-ün çökməsi tam olmur.

Ba²⁺ kationunun təyini reaksiyaları1. *Alovun rənglənməsi.*

Bariumun uçucu duzları qaz lampasının alovunu sarı-yaşıl rəngə boyayır.

İŞİN GEDİŞİ: BaCl₂ xlorid turşusu ilə isladılır və nazik platin məftil vasitəsilə alova tutulur.

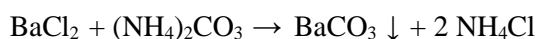
2. *Duru sulfat turşusu və həll olan sulfatlar*, ən duru məhlullardan belə barium – sulfat - BaSO₄ çöküntüsünü ayırır:

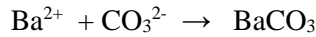


Çöküntü turşularda və qələvilərdə həll olmur.

İŞİN GEDİŞİ: 1 damcı barium duzu məhlulünə 1 damcı duru sulfat turşusu əlavə edilir.

3. Ammonium – karbonat (NH₄)₂CO₃ və ya digər həll olan karbonatlar barium duzları ilə ağ rəngli çöküntü – BaCO₃ verir:

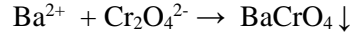
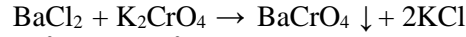




Çöküntü duru mineral turşularda və sirkə turşusunda həll olur (H_2SO_4 –dən başqa, çünki bu halda həll olmayan BaSO_4 əmələ gəlir). Çökməni zəif əsasi mühitində - ammoniyak məhlulunda aparmaq lazımdır.

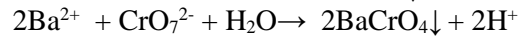
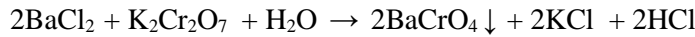
İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı BaCl_2 və ya $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ məhlulu töküüb, 1 damcı duru ammoniyak və 2 damcı $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ məhlulları əlavə edilir.

4. *Kalium-xromat* K_2CrO_4 və ya *natrium-xromat* Na_2CrO_4 neytral və ya sirkə turşusu mühitində barium ionunu sarı rəngli çöküntü – barium xromat şəklində ayırır:

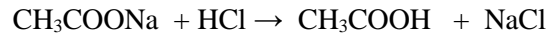


İŞİN GEDİŞİ: 1 damcı barium duzu məhluluna 1 damcı K_2CrO_4 məhlulu əlavə edilir.

5. *Kalium-dixromat* $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ həmçinin barium məhlullarından sarı çöküntü BaCrO_4 ayırır:



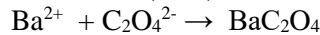
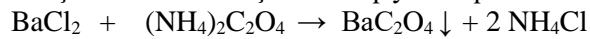
BaCrO_4 çöküntüsü qüvvətli turşularda həll olur, ona görə də reaksiya axıra qədər getmir (HCl əmələ gəlir). Əgər məhlula natrium-asetat əlavə edilsə, xlorid turşusu zəif sirkə turşusu ilə əvəz olunur:



Bu halda reaksiya sona qədər gedir.

İŞİN GEDİŞİ: 1-2 damcı barium duzu məhluluna 2 damcı natrium-asetat və 2 damcı kalium-dixromat məhlulu əlavə edilir.

6. *Ammonium-oksalat* $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ barium duzları ilə HCl və HNO_3 –də həll olan ağ rəngli çöküntü verir. Bu çöküntü sirkə turşusunda qaynatdıqda həll olur:



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı barium duzu məhluluna 2 damcı ammonium-oksalat məhlulu əlavə edilir.

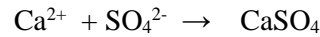
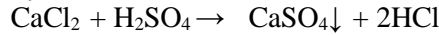
Ca^{2+} kationunun təyini reaksiyaları

1. *Alovun rənglənməsi.*

Kalsiumun uçucu duzları rəngsiz qaz alovunu kərpici-qırmızı rəngə boyayır.

İŞİN GEDİŞİ: Təyinat barium kationu üçün olduğu kimidir.

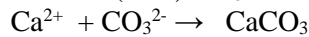
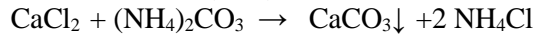
2. *Duru sulfat turşusu* H_2SO_4 kalsium ionları ilə ağ rəngli çöküntü CaSO_4 əmələ gətirir:



CaSO_4 -ün həllolma qabiliyyəti nisbətən böyük olduğundan (2q/l) çökmə yalnız qatı məhlullarda mümkün olur. Məhlula etil spirti əlavə etdikdə tam çökmə baş verir.

İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı kalsium duzu məhluluna 3-4 damcı duru sulfat turşusu əlavə edilir. Bulanıq əmələ gələn məhlula 8-10 damcı etil spirti əlavə olunur və çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

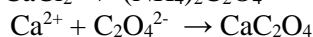
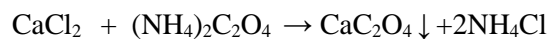
3. *Ammonium – karbonat* $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ kalsium duzlarını ağ rəngli çöküntü şəklində ayırır:



Ca^{2+} -un tam çökməsi üçün çökdürücünü artıqlaması ilə götürmək lazımdır. Çöküntü duru mineral turşularda və sirkə turşusunda həll olur. Çökdürməni ammoniyak mühitində aparmaq lazımdır.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı kalsiumun duzu məhlulu töküüb, üzərinə 1 damcı duru ammoniyak və 2 damcı ammonium-karbonat məhlulları əlavə edilir.

4. *Ammonium-oksalat* $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ soyuqda, neytral mühitdə kalsium duzlarını ağ rəngli çöküntü - CaC_2O_4 – kalsium-oksalat şəklində ayırır:

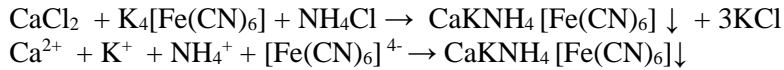


Çöküntü sirkə turşusunda həll olmur, mineral turşularda isə asanlıqla həll olur.

Bu reaksiyanı barium duzlarının iştirakı ilə aparmaq olmaz, belə ki, barium da barium-oksalat BaC_2O_4 – çöküntüsü verir.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı kalsium-xlorid məhluluna 2 damcı ammonium-oksalat məhlulu əlavə edilir.

5. *Kalium – heksasianoferrat (II)* (sarı qan duzu) kalsium duzları ilə zəif-qələvi mühitdə ağ çöküntü əmələ gətirir:



Çöküntü sirkə turşusunda həll olmur. Məhlulda Ba^{2+} ionu iştirak edərsə, Ca^{2+} təyin etmək üçün bu reaksiyadan istifadə etmək məqsədəuyğun deyil. Çünki, Ba^{2+} -də $K_4[Fe(CN)_6]$ ilə çöküntü verir.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı kalsium-xlorid məhlulu tökülür, üzərinə 1 damcı NH_4Cl və 2 damcı ammoniyak məhlulu (əsas mühit yaranana qədər) əlavə edilir, 1-2 dəqiqə su hamamında qızdırılır. İsti məhlula 5-6 damcı 0,5M sarı qan duzu məhlulu əlavə olunur. Yenidən 2-3 dəqiqə su hamamında qızdırılır.

Reaksiya ammonium – oksalatla təyinat reaksiyasına nisbətən az həssasdır.

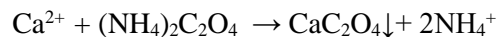
6. *Mikrokristalloskopik* reaksiya. Duru sulfat turşusu kalsium duzları ilə iynəvarı ağ rəngli $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ kristalları əmələ gətirir.

İŞİN GEDİŞİ: Saat şüşəsində 1 damcı kalsium duzu məhlulu ilə 1 damcı duru sulfat turşusu məhlulu yanaşı yerləşdirilir. Hər iki damcı şüşə çubuqla birləşdirilib bir az qurudulur (tam qurutmamalı). Bunun üçün saat şüşəsi alovun üzərində damcının sərhəddi əmələ gələnə qədər saxlanılır. Əmələ gələn kristallar mikroskop vasitəsilə müşahidə edilir.

III qrup kationları qarışığının analizi

a) *Ba²⁺ ionlarının təyini.* Əvvəlcə bu ionların varlığı yoxlanılır, çünki onlar Ca^{2+} -u təyin etməyə mane olur. Bunun üçün tədqiq olunan məhlulun 5 damcısı sınaq şüşəsinə tökülür və qaynayan su hamamında qızdırılır. 2 damcı K_2CrO_4 məhlulu əlavə edilir. Sarı rəngli çöküntünün alınması məhlulda Ba^{2+} ionlarının olmasını göstərir. Çöküntü əmələ gələrsə, xromat məhlulunu damcı-damcı o vaxtda qədər əlavə edirlər ki, çöküntü üzərindəki məhlul sarı rəngə boyansın. 2-3 dəqiqə su hamamında qızdırılır və çöküntü sentrifuqa vasitəsilə ayrılır. Şəffaf məhlulu ayıraraq, Ca^{2+} ionlarını təyin edirlər.

b) *Ca²⁺ ionlarının təyini.* Ayrılmış şəffaf sentrifuqatdan 3 damcı götürüb, üzərinə 2-3 damcı ammonium-oksalat – $(NH_4)_2C_2O_4$ məhlulu əlavə edilir. Əgər məhlulda Ca^{2+} ionları varsa, onda ağ rəngli CaC_2O_4 çökür.



Bir neçə qrup kationlar qarışığının sistemli analizində III qrup kationlarının təyini

Qarışıq qrup kationlarının analizi zamanı III qrup kationları, II qrup kationları çökdürüldükdən sonra, H_2SO_4 ilə çökdürülərək ayrılır. Bu zaman nəzərə almaq lazımdır ki, III qrup kationlarının sulfatları ilə yanaşı qurğuşun 2– sulfat da çökür, Ca^{2+} isə tam çökmür. $CaSO_4$ -ın həll olmasını azaltmaq üçün, əvvəlcədən məhlula eyni həcmdə etil spirti əlavə olunmalıdır.

1.III qrup kationlarının çökdürülməsi:

II qrup kationlarını ayırdıqdan sonra, qalan məhluldan 1ml sınaq şüşəsinə tökülür, 1 ml 96%-li etil spirti əlavə olunur və çöküntünün əmələ gəlməsi dayanana qədər qarışdıraraq damcı-damcı 2N H_2SO_4 məhlulu tökülür. Tam çökmədən sonra çöküntü məhlulla birlikdə 5-6 dəqiqə su hamamında qızdırılır və sentrifuqa vasitəsilə ayrılır. Şəffaf sentrifuqat digər sınaq şüşəsinə keçirilir. Bu məhlulda I, IV, V və VI analitik qrup kationları mövcud ola bilər. Çöküntü 2 dəfə distillə suyu ilə yuyulur. Bu zaman suya bir neçə damcı duru H_2SO_4 məhlulu qatılır.

2. *Qurğuşun ionlarının ayrılması.* Çöküntüyə 10%-li NaOH məhlulu əlavə olunur, qarışdıraraq su hamamında 10-15 dəqiqə qızdırılır. Bu zaman $PbSO_4$ məhlula keçir. Çöküntü məhluldan ayrılır. Tərkibində $[Pb(OH)_4]^{2-}$ olan sentrifuqata turş mühit alınana qədər CH_3COOH məhlulu əlavə edilir (lakmus ilə yoxlamalı).

Pb²⁺ ionlarının varlığının yoxlanması.

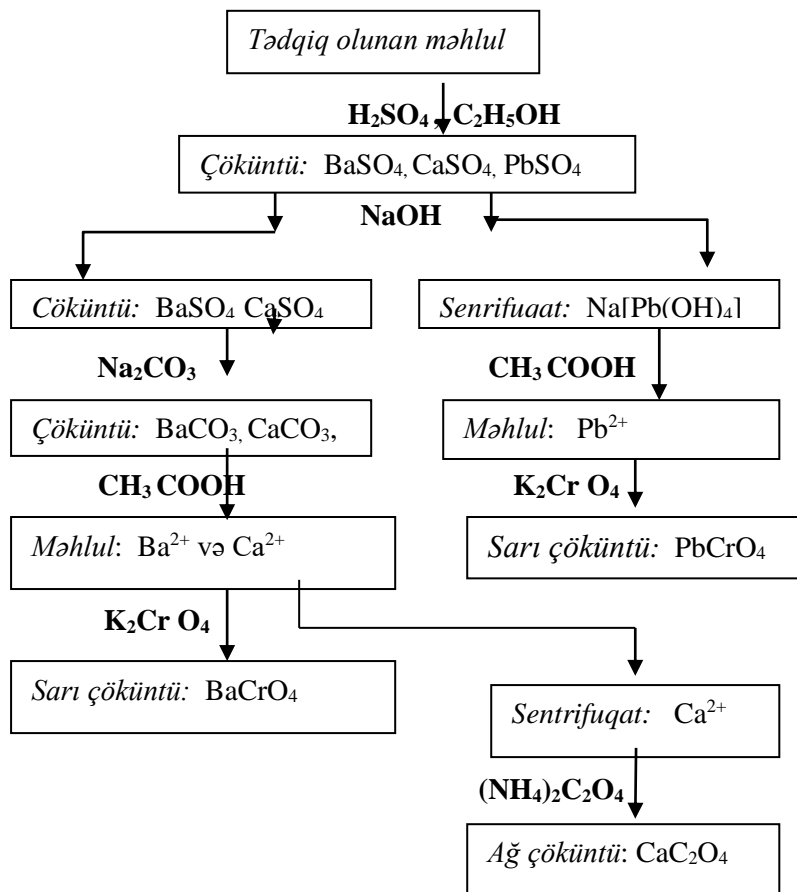
2-3 damcı sentrifuqata 2-3 damcı kalium-xromat əlavə edilir. Sarı rəngli çöküntü Pb^{2+} - un varlığını göstərir. Əgər məhlulda bu ionlar varsa, çöküntünün $NaOH$ ilə işlənməsi təkrar edilir. Məhlulda Pb^{2+} ionlarının varlığını təsdiq edən K_2CrO_4 ilə reaksiya müsbət nəticə verməyə qədər bu əməliyyat təkrar olunur.

3.III qrup kationları sulfatlarının karbonatlara keçməsi.

Qələvi ilə işlənmiş çöküntüdə yalnız barium və kalsium sulfatları ola bilər. Bu çöküntüyə doymuş Na_2CO_3 məhlulu əlavə edilir, qarışdırılaraq qızdırılır. Sentrifuqada məhlul çöküntüdən ayrılır və atılır. Çöküntü yenidən Na_2CO_3 ilə işlənir. Sulfatlar tamamilə karbonatlara keçənə qədər əməliyyat təkrar olunur.

Bir neçə dəfə Na_2CO_3 -la işlənmiş çöküntüyə 8-10 damcı 2N CH_3COOH əlavə olunur və qarışdıraraq qızdırılır. Çöküntü tam həll olmalıdır. Əgər tam həll olmur, onu ayırır (ayrılan məhlulu saxlamaq şərti) və yenidən 2-3 dəfə Na_2CO_3 -la işləyirlər. Çöküntü 2N CH_3COOH məhlulunda həll edilir, birinci məhlula (CH_3COOH) əlavə edilir. Məhlulda Ba^{2+} və Ca^{2+} ionları mövcud olacaqdır. Ba^{2+} və Ca^{2+} ionları olan məhlulun tədqiqi: a) bölməsində göstərilən metodla tədqiq olunur.

III QRUP KATIONLARI QARIŞIĞININ ANALIZI



Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

4

IV analitik qrup kationları

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- H₂O₂
- CrCl₃
- (NH₄)₂S
- efir
- ZnCl₂
- KOH
- K₃ [Fe(CN)₆]
- Na₂S
- (NH₄)₂[Hg(SCN)₄]
- Co(NO₃)₂
- AlCl₃
- KOH
- Al₂(SO₄)₃
- SINAQ ŞÜŞƏLƏRİ
- QAZ LAMPASI

IV analitik qrupa Al³⁺, Cr³⁺, Zn²⁺, As (III) və As (V) daxildir. Arsen (III) birləşmələri, əsasən arsenitlər (AsO₂⁻), arsen (V) – arsenatlar (AsO₄³⁻) şəklində olur.

Alüminium, sink və xrom(III)-un sulfatları, nitrat, xlorid, bromid və yodidləri suda yaxşı həll olur. Al³⁺ və Zn²⁺ ionları rəngsizdir, Cr(III) birləşmələri isə yaşıl və ya bənövşəyi rəngli olur.

IV qrup kationlarının hidrokisidləri çətin həll olan zəif elektrolitlərdir. Bundan başqa, onlar amfoter xassəlidir. Bu xassədən sistematik analizin gedişində istifadə olunur.

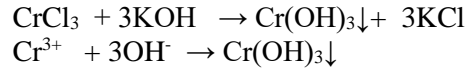
Qrup reaktivi artıq miqdarda götürülmüş NaOH-dır. Al(OH)₃, Cr(OH)₃ və Zn(OH)₂ natrium-hidroksidin artıq miqdarında həll olaraq, Na[Al(OH)₄], Na₂[Zn(OH)₄], Na₃[Cr(OH)₆] şəklində məhlula keçir.

IV qrup kationlarının hidrokisidləri zəif əsaslar olduğundan, onların duzları məhlullarda hidrolizə uğrayır. Çox zəif turşudan əmələ gəlmiş duzları - sulfidlər, karbonatlar, sianidlər isə dönməyən hidrolizə uğrayır və sulu məhlulda mövcud ola bilmir. Al³⁺, Cr³⁺ və Zn²⁺ ionları kompleksəmələgətirmə qabiliyyətinə malikdir.

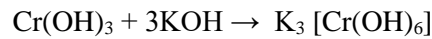
Xrom və arsen birləşmələri üçün oksidləşmə-reduksiya reaksiyaları xarakterikdir, analiz zamanı bundan istifadə edilir. Cr^{3+} kationunun səciyyəvi reaksiyalarından biri onun sarı rəngli CrO_4^{2-} ionuna qədər oksidləşməsi reaksiyasıdır.

Cr^{3+} kationunun təyini reaksiyaları

1. *Qələvilər* xrom (III) duzlarını məhluldan bozultul-yaşıl rəngli amorf çöküntü $\text{Cr}(\text{OH})_3$ şəklində ayırır:

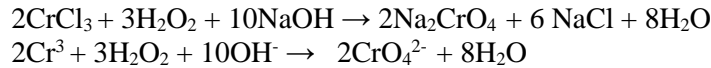


$\text{Cr}(\text{OH})_3$ amfoter xassəli olduğundan qələvilərdə həll olur:



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı xrom (III) duzu məhluluna 1 damcı qələvi məhlulu əlavə olunur, çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir. Sonra bir neçə damcı qələvi məhlulu əlavə etdikdə çöküntü həll olur.

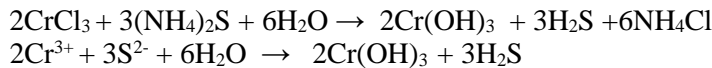
2. *Hidrogen-peroksid* H_2O_2 qələvnin iştirakı ilə Cr^{3+} ionunu xromat $-\text{CrO}_4^{2-}$ ionuna qədər oksidləşdirir:



İŞİN GEDİŞİ: a) *xromat ionunun alınması*. Sınaq şüşəsinə 2 damcı xromat məhlulu töküüb, üzərinə bir neçə damcı qələvi məhlulu əlavə edilir (əmələ gələn $\text{Cr}(\text{OH})_3$ həll olmalıdır), qarışığa 3 damcı H_2O_2 töküüb, su hamamında qızdırılır. Rəngin yaşıldan sarıya keçməsi müşahidə edilir.

b) H_2CrO_6 -nin alınması: Sınaq şüşəsinə 3 damcı duru H_2SO_4 məhlulu, 2 damcı H_2O_2 və 1 ml efir tökülür, qarışıq çalxalanır. Sonra əmələ gələn xromat məhlulundan (sarı) 2-3 damcı əlavə edib, yenə çalxalanır. Efir layının rəngi müşahidə edilir.

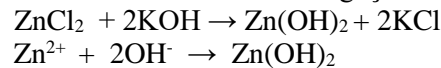
3. *Ammonium-sulfid* $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ xrom (III) duzu məhlulundan bozultul-yaşıl rəngli $\text{Cr}(\text{OH})_3$ çöküntüsü verir:



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı xrom (III) duzunun məhluluna 2 damcı $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ məhlulu əlavə edilir, çöküntünün ayrılması müşahidə olunur.

Zn^{2+} kationunun təyini reaksiyaları

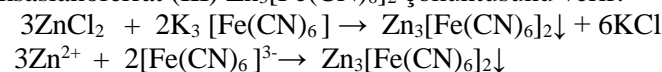
1. *Qələvilər* sink duzlarını məhluldan ağ çöküntü - $\text{Zn}(\text{OH})_2$ şəklində ayırır:



$\text{Zn}(\text{OH})_2$ amfoter xassəlidir. Duru turşularda və qələvilərdə həll olur:

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Zn duzu məhluluna əvvəlcə 1 damcı, sonra artıqlaması ilə qələvi məhlulu əlavə edilir. Çöküntünün alınması, sonra həll olması müşahidə olunur.

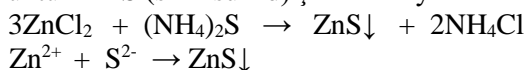
2. *Qırmızı qan duzu* (kalium-heksasiano-ferrat (III) - $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$) - Zn^{2+} duzları ilə qəhvəyi-sarı rəngli sink-heksasiano-ferrat (III) $\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$ çöküntüsünü verir:



Çöküntü xlorid turşusunda və ammoniyakda həll olur.

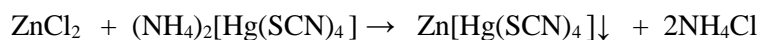
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Zn duzu məhluluna 2 damcı $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ məhlulu əlavə edib qızdırılır.

4. *Ammonium-sulfid* $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ və ya *natrium-sulfid* Na_2S neytral məhlullardan Zn^{2+} ionunu ağ rəngli amorf çöküntü – ZnS (sink-sulfid) şəklində ayırır:



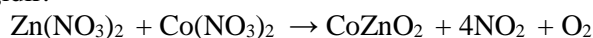
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Zn^{2+} duzu məhluluna 2 damcı $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ və ya Na_2S məhlulu əlavə edilir.

5. *Mikrokristaloskopik reaksiya*. Ammonium – tetrarodanomerkurat (II) $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ neytral və ya zəif turş mühitdə Zn^{2+} ionları ilə rəngsiz kristallar əmələ gətirir:



İŞİN GEDİŞİ: Saat şüşəsi üzərinə 1 damcı Zn^{2+} duzu məhlulu tökülür, az buxarlandırılır və 1 damcı sirkə turşusu ilə turşlaşdırılır. Dərhal 1 damcı reaktiv əlavə edilir. Əmələ gələn kristallar mikroskop altında müşahidə olunur.

6. *Quru reaksiya*. Kiçik filtr kağızı sink duzu və kobalt (II) –nitrat məhlulunda isladılaraq kasada yandırılır. Bu zaman alovun rəngi yaşıl rəngə boyanır. Bu Rinman yaşılı adlanan CoZnO_2 - kobalt-sinkatın – rəngidir.

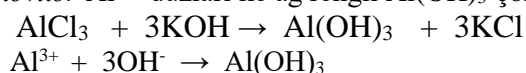


Reaksiyanın gedişinə Al^{3+} və Cr^{3+} ionları mane olur.

İŞİN GEDİŞİ: Filtr kağızı 1-2 damcı Zn^{2+} duzu məhlulu ilə isladılır. Sonra 1 damcı $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ məhlulu damızdırıb qurudulur, kiçik çini kasada yandırılaraq əmələ gələn zolun rəngi müşahidə edilir.

Al^{3+} kationunun təyini reaksiyaları

1. *Qələvilər* Al^{3+} duzları ilə ağ rəngli $\text{Al}(\text{OH})_3$ çöküntü əmələ gətirir:

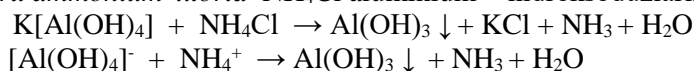


$\text{Al}(\text{OH})_3$ amfoter xassəli olduğuna görə qələvinin artığında həll olaraq $\text{K}[\text{Al}(\text{OH})_4]$ əmələ gətirir:



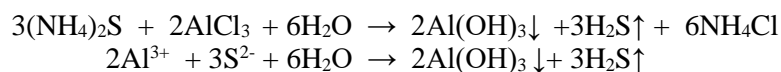
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Al duzu məhluluna əvvəlcə 1 damcı, sonra isə artıqlaması ilə qələvi məhlulu əlavə edib, çöküntünün çökməsi və sonra həll olması müşahidə edilir.

2. *Quru ammonium-xlorid* NH_4Cl alüminium - hidrosoduzlarından $\text{Al}(\text{OH})_3$ -ü ayırır:



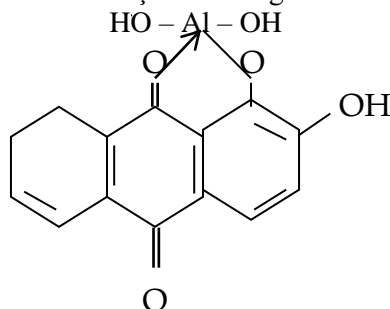
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Al duzları məhluluna artıqlaması ilə qələvi əlavə olunur, çökmüş $\text{Al}(\text{OH})_3$ həll olur. Əmələ gəlmiş məhlula quru NH_4Cl tökülür, sınaq şüşəsi çalxalanır, su hamamında qızdırılaraq, çöküntünün ayrılması müşahidə olunur.

3. *Ammonium sulfid* $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ Al duzları məhlullarından ağ rəngli $\text{Al}(\text{OH})_3$ çöküntüsü ayırır:



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Al duzu məhluluna 2 damcı $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ məhlulu əlavə edib, çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

4. *Alizarın 1,2-dioksiantraxinon* ilə reaksiya. *Alizarın 1,2-dioksiantraxinon* $\text{Al}(\text{OH})_3$ ilə al-qırmızı rəngli alüminium lakı adlanan birləşmə əmələ gətirir:



Bu Al^{3+} ionu üçün həssas reaksiyalardan biridir. Cr^{3+} və Zn^{2+} ionları reaksiyanın gedişinə mane olur. Reaksiya yarımmikrokimyəvi və ya damcı metodu ilə aparılır.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 3 damcı Al duzu məhlulu töküüb, zəif əsasi mühit yaranana qədər üzərinə ammoniyak məhlulu əlavə edilir. Qarışıq qızdırılaraq, 4-5 damcı alizarin əlavə edilir. Al-qırmızı rəng alınır.

Təcrübənin damcı metodu ilə yerinə yetirilməsi. Filtr kağızına Al^{3+} duzu məhlulundan 1 damcı töküüb, onun hopmasını gözləməli. Bundan sonra kağızı 1-2 dəqiqə içərisində qatı ammoniyak məhlulu olan açıq damcı qıfının ağzına tutub, onu ammoniyak buxarı ilə hopdururlar. Ləkəni alizarin ilə isladıb yenidən buxar ilə işləyirlər. Al-qırmızı rəng əmələ gəlir ki, bu da Al^{3+} varlığını göstərir.

5. *Duru kobalt 2-nitrat məhlulu* Al duzları ilə göy rəng verən $Co(AlO_2)_2$ kobalt- metaalüminat əmələ gətirir:



İŞİN GEDİŞİ: Filtr kağızını zolağını alüminium-sulfat və 2 damcı kobalt 2-nitrat məhlulları ilə isladılaraq, kiçik çini kasada yandırılır. Əmələ gələn zolun rəngi müşahidə edilir.

IV qrup kationları qarışığının analizi

Arsen birləşmələri toksik və zəhərli olduğu üçün, IV qrupun kationları qarışığının analizi bu elementin birləşmələri iştirak etmədən aparılır.

1. *Qrup reaktivinin təsiri.* 1 ml məhlula qarışdırma-qarışdırma kiçik hissələrlə əmələ gələn çöküntü həll olana qədər 10%-li NaOH məhlulu əlavə edirlər. Əvvəlcə əmələ gələn hidrokksidlər - $Al(OH)_3$, $Cr(OH)_3$, $Zn(OH)_2$ həll olaraq uyğun duzlar $Na[Al(OH)_4]$, $Na_3[Cr(OH)_6]$ və $Na_2[Zn(OH)_4]$ əmələ gətirir. 8-10 damcı hidrogen-peroksid əlavə edərək su hamamında qızdırılır (qaz ayrılması kəsilənə qədər). Bu zaman $Na_3[Cr(OH)_6]$ Na_2CrO_4 -ə qədər oksidləşir.

2. *Al^{3+} -un təyini.* Alınan məhlula quru NH_4Cl məhlulu tökərək qarışdırılır (ammoniyak iyi hiss olunana qədər) və qızdırılır. Əmələ gələn ağ çöküntüdə $Al(OH)_3$ vardır. Məhlulda CrO_4^{2-} və $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$ qalır. Sentrifuqa vasitəsilə çöküntü məhluldan ayrılır.

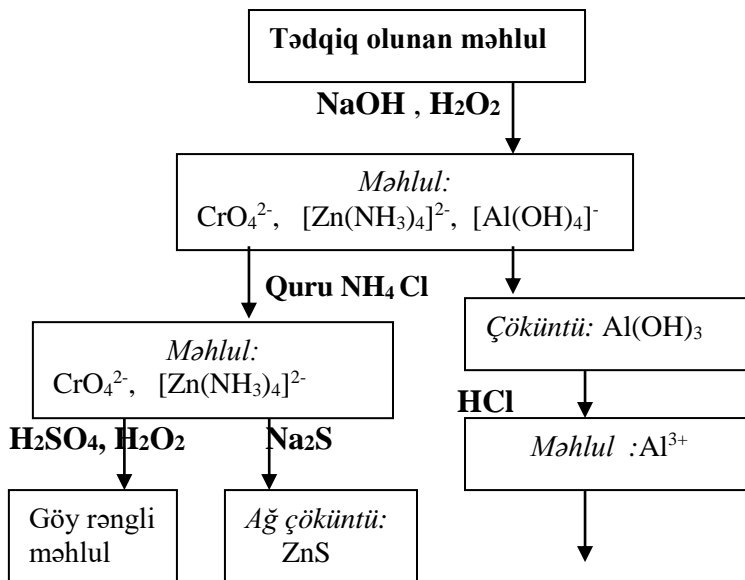
Al^{3+} üçün yoxlama reaksiyası. Çöküntü duru ammoniyak məhlulu ilə xlorid turşusunda həll edilir. 3 damcı məhlula zəif - əsasi mühit əmələ gələnə qədər ammoniyak məhlulu əlavə edib, qızdırılır və 5 damcı alizarin məhlulu tökülür. Al^{3+} ionları olduqda qırmızı rəngli alizarin ləkəsi əmələ gəlir.

3. *Al^{3+} -u ayırdıqdan sonra məhlulun analizi.*

Cr^{3+} -un təyini. Məhlulun sarı rəngi CrO_4^{2-} ionlarının varlığını göstərir. Yoxlama reaksiyası keçirmək olar. Bunun üçün sınaq şüşəsinə 5 damcı duru sulfat turşusu, 2-3 damcı hidrogen-peroksid, 1 ml efir töküüb qarışdırırlar. 3-4 damcı sentrifugat məhlulundan əlavə edib, müşahidə aparırlar. Efir layının göy rəngə boyanması məhlulda CrO_4^{2-} ionlarının varlığına dəlalat edir.

Zn^{2+} -in təyini. 3-4 damcı məhlula (Al-u ayırdıqdan sonra) 5-6 damcı Na_2S məhlulu tökülür. Ağ çöküntü – ZnS ilkin məhlulda sink ionlarının varlığını göstərir.

IV analitik qrup kationları qarışığının analiz sxemi



NH₄OH alizarin

Qırmızı rəngli
“alizarin laktı”

Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

5

V analitik qrup kationları

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- KOH, NaOH
- FeSO₄
- NH₃
- K₃[Fe(CN)₆]
- (NH₄)₂S, Na₂S
- FeCl₃
- KSCN və ya NH₄SCN
- K₄[Fe(CN)₆]
- CH₃COONa
- H₂O₂
- MnSO₄, MgCl₂
- NH₄Cl
- Na₂HPO₄
- 8-Oksixinolinin (HC₉H₆NO) 5%-li spirtdə məhlulu
- J₂
- BiCl₃ . Bi(NO₃)₃
- KJ,
- Na₂ [Sn(OH)₄]
- sınaq şüşələri

V analitik qrup kationlarına Fe²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Bi³⁺, Mg²⁺ ionları daxildir. Mn²⁺, Bi³⁺, Mg²⁺ ionları rəngsizdir, Fe²⁺ ionları yaşılımtıl, Fe³⁺ ionları isə sarı rəngdədir.

V qrup kationlarının nitratları, sulfatları və xloridləri suda yaxşı həll olur. Hidroksidləri çətin həll olan zəif elektrolitlərdir. Onlar qələvi artığında və ammonyak məhlulunda həll olmur. Bu xassəsinə görə onlar, IV və VI qrupun hidroksidlərindən fərqlənir. V analitik qrupu üçün qrup reaktivi NaOH-dır. Bu kationların bütün duzları hidrolizə uğrayır. Bu xüsusiyyətdən onları təyin etmək üçün istifadə olunur.

Bi³⁺, Fe²⁺, Fe³⁺ ionları yüksək kompleksmələgətirmə qabiliyyətinə malikdir. Onların bu xassəsindən təkcə təyinatda deyil, həm də Fe³⁺ ionlarının maskalanmasında istifadə olunur. Məsələn, bir neçə qrup ionlarının analizində, Fe³⁺ ionları rəngsiz oksalat və ya tartrat kompleksi şəklində maskalanır (pərdələnir).

V analitik qrup elementləri dəyişkən oksidləşmə dərəcəsinə (Mg-dan başqa) malik olduğuna görə onlar üçün oksidləşmə-reduksiya reaksiyaları xarakterikdir. Bu xassədən Mn²⁺ (bənövşəyi MnO₄⁻ ionuna qədər oksidləşir) və Bi³⁺ (qara rəngli Bi-a qədər reduksiya olunur) ionunun təyində istifadə olunur.

Yeni çökdürülmüş sulfid və hidroksidlər amorfudur və asanlıqla kolloid hala keçir. Bundan əlavə, kolloid hissəciklər üzərində məhluldakı ionları adsorbsiya edir və nəticədə bu hissəciklər yüklənmiş olur. Bu da kolloid hissəciklərin daha böyük hissəciklər halında birləşməsinə mane olur, çünki eyni yüklü

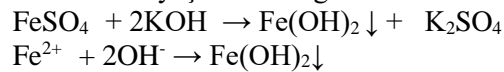
hissəciklər bir-birini dəf edir. Beləliklə, çətin həll olan birləşmələr çökmür, yalnız kolloid məhlul əmələ gətirir.

Əgər kolloid məhlula artıqlaması ilə hər hansı bir elektrolit əlavə edilsə, kolloid hissəcik ionlar tərəfindən əhatə olunaraq neytrallaşır. Bu zaman daha iri hissəciklərin birləşməsi baş verir. Əmələ gələn iri hissəciklər asılı vəziyyətdə qala bilməyib çökür – koagulyasiya baş verir. Temperaturun artması koagulyasiya prosesini sürətləndirir.

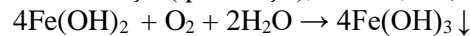
Kolloid məhlul sentrifuqa vasitəsilə ayrıla bilmədiyindən bəzi sulfid və hidrokisidlərin kolloid məhlullar əmələ gətirməsi analizi çətinləşdirir. Buna görə də çökdürməni kolloid sistemləri parçalayan şəraitdə - məhlulu qızdırmaqla və elektrolit əlavə etməklə aparmaq lazımdır. Belə çöküntülərin yuyulmasında elektrolit qarışdırılmış isti sudan istifadə edilir. Elektrolit kimi ammonium – xlorid və ya ammonium – nitrat götürülür.

Fe²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. Qələvilər Fe²⁺ ionlarını yaşılımtıl rəngli dəmir 2-hidroksid şəklində çökdürür:

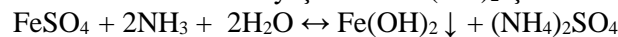


Çöküntü havada tündləşir (qonurlaşır), belə ki, Fe(OH)₂ Fe(OH)₃ -ə qədər oksidləşir.



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı dəmir 2–sulfat məhluluna 2 damcı qələvi məhlulu əlavə edilir. Rəngin dəyişməsi müşahidə edilir.

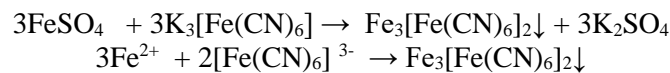
2. *Ammonyak məhlulu* Fe²⁺ ionlarını yaşılımtıl Fe(OH)₂ şəklində çökdürür:



Çökmə tam deyil. Lakin qaldıqca bulantı çoxalır, belə ki, Fe(OH)₂ havanın oksigeni ilə oksidləşir.

İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı dəmir 2 –sulfat məhluluna damcı-damcı qatı ammonyak məhlulu əlavə edilir. Çalxaladıqda çöküntünün artması və rəngin dəyişməsi müşahidə edilir.

3. *Kalium – heksasianoferrat (III) K₃[Fe(CN)₆]* (qırmızı qan duzu) ikivalentli Fe duzları ilə tünd göy rəngli çöküntü - turnbul göyü verir:

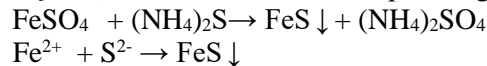


Çöküntü turşuda həll olmur, qələvinin təsiri ilə parçalanır. Bu dəmir (II) duzları üçün ən həssas reaksiyadır.

Dəmir duzlarının hidrolizinin qarşısını almaq məqsədilə reaksiya turş mühitdə aparılır. Reaktivin artıq miqdarı çöküntüyə yaşıl rəng verdiyini nəzərə almaq lazımdır.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı dəmir 2-sulfat məhlulu üzərinə 1 damcı duru sulfat turşusu məhlulu töküüb, turş mühit yaradaraq, 1 damcı qırmızı qan duzu əlavə edilir. Göy rəngli çöküntü alınır.

4. *Ammonium-sulfid (NH₄)₂S* Fe²⁺ ionlarını qara rəngli dəmir 2-sulfid şəklində çökdürür:

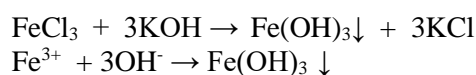


Çöküntü turşularda həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı dəmir 2 –sulfat və 2 damcı ammonium - sulfid məhlulu tökülür.

Fe³⁺ kationunun təyini reaksiyaları

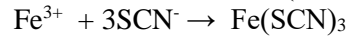
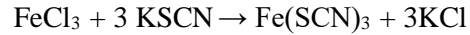
1. *Qələvilər və ammonyak məhlulu* Fe³⁺ ionu ilə qonur rəngli həlməşik çöküntü – Fe(OH)₃ əmələ gətirir:



$\text{Fe}(\text{OH})_3$ turşularda həll olur, qələvi artığında isə həll olmur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı dəmir 3-xlorid məhluluna 2 damcı qələvi məhlulu əlavə edilir.

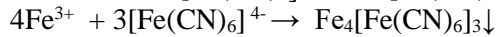
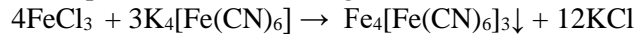
2. *KSCN* və ya *NH₄SCN* zəif turş mühitdə Fe^{3+} ionu ilə qırmızı qan rəngli birləşmə əmələ gətirir.



Reaksiya dönən olduquna görə reaktivi artıqlaması ilə götürmək lazımdır.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 1- 2 damcı Fe^{3+} ionu olan məhlul tökülür və üzərinə 1-2 damcı rodanid məhlulu əlavə edilir. Məhlul qırmızı rəngə boyanır.

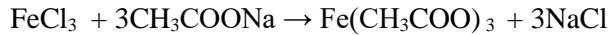
3. *Kalium – heksasianoferrat(II)* $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ – Fe^{3+} ionu ilə tutqun göy rəngli çöküntü - berlin abısı adlanan kompleks birləşmə əmələ gətirir:



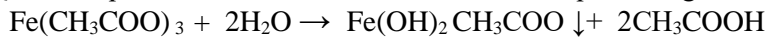
Berlin abısı turnbul göyündən fərqli olaraq qüvvətli turşularda və reaktivin artığında həll olur. Qələvilər də bu birləşməni parçalayır. Fe^{3+} ionunun qatılığı az olduqda çöküntü alınmır, lakin məhlul göy rəngə boyanır.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 1-2 damcı Fe^{3+} ionu olan məhlul ($\text{pH}=1-3$) və 1-2 damcı reaktiv əlavə edilir. Məhlul tutqun göy rəngə boyanır.

4. *Natrium-asetat* CH_3COONa Fe^{3+} ionu ilə tünd qırmızı rəngli dəmir 3-asetat – $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ əmələ gətirir.



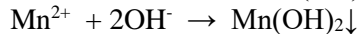
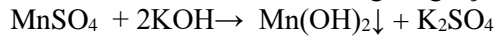
Qızdırıldıqda alınan duzun hidrolizi sürətlənir və qonur rəngli əsasi duz çökür:



İŞİN GEDİŞİ: 3-4 damcı FeCl_3 məhluluna 8 damcı CH_3COONa məhlulu əlavə edərək, məhlulun rənginin dəyişməsi müşahidə edilir. 1-1.5 ml isti su əlavə edilir, qızdırılır və qırmızı-qonur çöküntünün alınması müşahidə olunur.

Mn²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

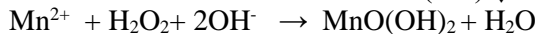
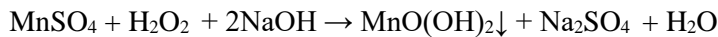
1. *Qələvilər* ikivalentli Mn duzları ilə ağ rəngli çöküntü – $\text{Mn}(\text{OH})_2$ əmələ gətirir:



$\text{Mn}(\text{OH})_2$ -in havanın oksigeni ilə oksidləşməsi nəticəsində Mn(II) Mn(IV)-ə keçir və çöküntü qonurlaşır.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Mn^{2+} duzu məhluluna 2 damcı qələvi məhlulu əlavə edilir və çöküntünün rənginin dəyişməsi müşahidə edilir.

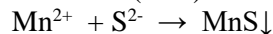
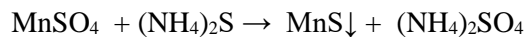
2. *Hidrogen-peroksid* – H_2O_2 qələvi mühitdə Mn^{2+} -ni tünd-qonur rəngli Mn^{4+} -ə qədər oksidləşdirir:



Bromlu su da belə təsir göstərir. $\text{Mn}(\text{OH})_2$ çöküntüsündən fərqli olaraq $\text{MnO}(\text{OH})_2$ duru sulfat turşusunda həll olmur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Mn^{2+} məhluluna 4 damcı qələvi və 2 damcı H_2O_2 əlavə edilir.

3. *Ammonium-sulfid* – $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ Mn^{2+} duzları məhlulundan MnS – manqan 2-sulfid çöküntüsü ayırır:

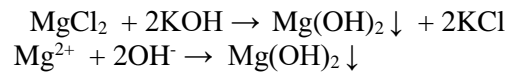


Çöküntü duru mineral turşularda və sirkə turşusunda həll olur.

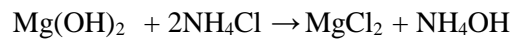
İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı Mn(II) duzu məhlulu və 2 damcı $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ məhlulu tökülür.

Mg²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. *Qələvilər* Mg²⁺ ilə ağ həlməşik çöküntü – Mg(OH)₂ əmələ gətirir:

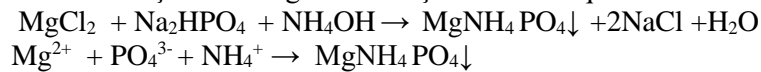


Məhlulda ammonium duzları iştirak etdikdə çökmə tam olmur. Ammonium duzlarının qatılığı çox olduqda Mg(OH)₂ çöküntüsü əmələ gəlməyə də bilər, çünki Mg(OH)₂ ammonium duzlarının artığında həll olur:



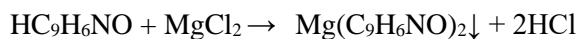
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Mg duzu məhluluna 2 damcı qələvi məhlulu əlavə edilir.

2. *Natrium–hidrofosfat* – Na₂HPO₄ Mg²⁺ üçün xarakterik reaktivdir. MgCl₂ iştirak edən məhlullarda, ammonium iştirakı ilə ağ kristallik çöküntü – maqnezium-ammonium fosfat əmələ gətirir:



İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı MgCl₂ məhlulu, 2 damcı ammoniyak məhlulu və Mg(OH)₂ çöküntüsü həll olana qədər ammonium-xlorid tökülür. Alınan məhlula 1-2 damcı Na₂HPO₄ məhlulu əlavə edilir.

3. *8-Oksixinolin* HC₉H₆NO Mg duzları ilə yaşılımtıl – sarı rəngli kristal çöküntü (Mg – oksixinolin) əmələ gətirir:



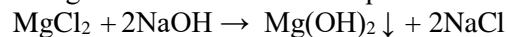
Reaksiya ammoniyak mühitində aparılır.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Mg duzuna 1 damcı ammonium–xlorid məhlulu, 2 damcı 8-oksixinolinin 5%-li spirt məhlulu və 2 damcı ammoniyak məhlulu əlavə edilir.

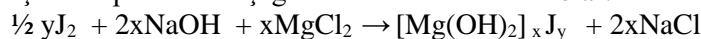
4. *Petraşen reaksiyası*. Yodlu su qələvi iştirakında Mg²⁺ ilə qırmızı-qonur rəngli çöküntü əmələ gətirir. Yodlu suya qələvi əlavə etdikdə aşağıdakı reaksiya baş verir:



Bu məhlula Mg duzu əlavə etdikdə maqnezium-hidroksid əmələ gəlir:



Baş verən prosesləri aşağıdakı kimi ifadə etmək olar:

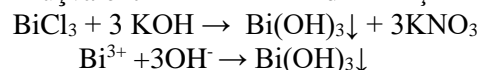


İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı yodlu suya rəngi itənə qədər damcı-damcı qələvi məhlulu əlavə edilir. Sonra məhlula 1 damcı Mg duzu məhlulu tökərək, qonur-qırmızı rəngli çöküntünün əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

Reaksiyanı saat şüşəsi üzərində aparmaq daha məqsədəuyğundur.

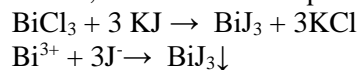
Bi³⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. *Qələvilər* üçvalentli Bi duzları ilə duru turşularda həll olan ağ çöküntü – Bi(OH)₃ əmələ gətirir:

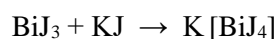


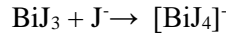
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı üçvalentli Bi duzu məhluluna 2 damcı KOH və ya NaOH məhlulu əlavə edilir.

2. *Kalium-yodid* – KJ, Bi³⁺ duzları ilə qara çöküntü – BiJ₃ əmələ gətirir:



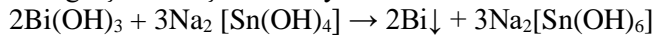
Bismut 3-yodid BiJ₃ reaktivinin artığında həll olaraq tünd-narıncı rəngli kompleks birləşmə K [BiJ₄] əmələ gətirir:





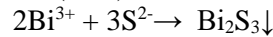
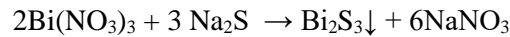
İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı üçvalentli Bi duzu məhluluna 1 damcı kalium-yodid məhlulu əlavə edilir. Əmələ gələn qara çöküntüyə damcı-damcı reaktiv tökərək, onun həll olması müşahidə edilir.

3. *Natrium-stannit və ya kalium-stannit* qələvi mühitdə Bi^{3+} ionlarını bismuta qədər reduksiya edir. Bismut qara rəngli çöküntü şəklində ayrılır:



İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsində 3 damcı qalay 2-xloridə 2N NaOH əlavə edilib əmələ gələn çöküntünün həll olması müşahidə edilir. Əmələ gələn Na-stannit məhluluna 2 damcı üçvalentli Bi duzu əlavə edilir, qara rəngli bismut ayrılır.

4. *Natrium-sulfid* - Na_2S üçvalentli Bi duzları ilə tünd-qəhvəyi rəngli bismut 3-sulfid çöküntüsü əmələ gətirir:



Çöküntü qatı xlorid turşusunda və qaynar nitrat turşusunda həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı üçvalentli Bi duzu məhluluna 1 damcı natrium-sulfid məhlulu əlavə edilir.

V analitik qrup kationları qarışığının analizi

1. *Sınaq təcrübəsi.* Fe^{2+} və Fe^{3+} ionlarının təyininə V qrup kationlarının heç biri mane olmadığından, onların təyinatı qarışıqda aparılır.

Fe^{2+} -nin təyini reaksiyaları.

Sınaq şüşəsinə 2-3 damcı tədqiq edilən məhlul tökülür və 1 damcı qırmızı qan duzu $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ əlavə edilir. Tünd göy rəngli çöküntünün ayrılması Fe^{2+} -nin varlığını göstərir.

Fe^{3+} -nin təyini reaksiyaları

Sınaq şüşəsinə 2 damcı tədqiq edilən məhluldan tökülür və üzərinə 1 damcı sarı qan duzu $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ - əlavə edilir. Tünd göy rəngli çöküntünün ayrılması Fe^{3+} ionunun varlığını göstərir.

Yoxlama təcrübə - 2 damcı tədqiq edilən məhlula 2 damcı kalium-rodanid KSCN məhlulu əlavə edilir. Qırmızı rəngin əmələ gəlməsi Fe^{3+} ionunun olduğunu göstərir.

2. *V qrup kationlarının çökdürülməsi.* 20 damcı tədqiq olunan məhlula qələvi mühit yaranana qədər 10%-li NaOH məhlulu, 5-6 damcı H_2O_2 əlavə edilir, qarışdırılır, qazın çıxması qurtarana qədər qaynayan su hamamında qızdırılır. Sonra sentrifuqadan istifadə etməklə çöküntü məhluldan ayrılır. Dəmir, manqan, maqnezium və bismutun $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$ çöküntüləri NH_4NO_3 məhlulundan bir neçə damcı əlavə etməklə isti su ilə yuyulur.

3. *Maqneziumun ayrılması və təyini.* Çöküntüyə 5-6 damcı 6N NH_4Cl məhlulu əlavə edərək şüşə çubuqla qarışdırılır. Bu zaman $\text{Mg}(\text{OH})_2$ məhlula keçir. Qarışığı sentrifuqalayır, sentrifuqat ayrılaraq 4-5 damcı götürülür, üzərinə 3 damcı NaH_2PO_2 məhlulu və iy hiss olunana qədər 2 damcı qatı ammoniyak məhlulu əlavə edilir. Alınan məhlul qarışdırılır. Ağ çöküntünün ayrılması Mg^{2+} ionunun varlığını göstərir.

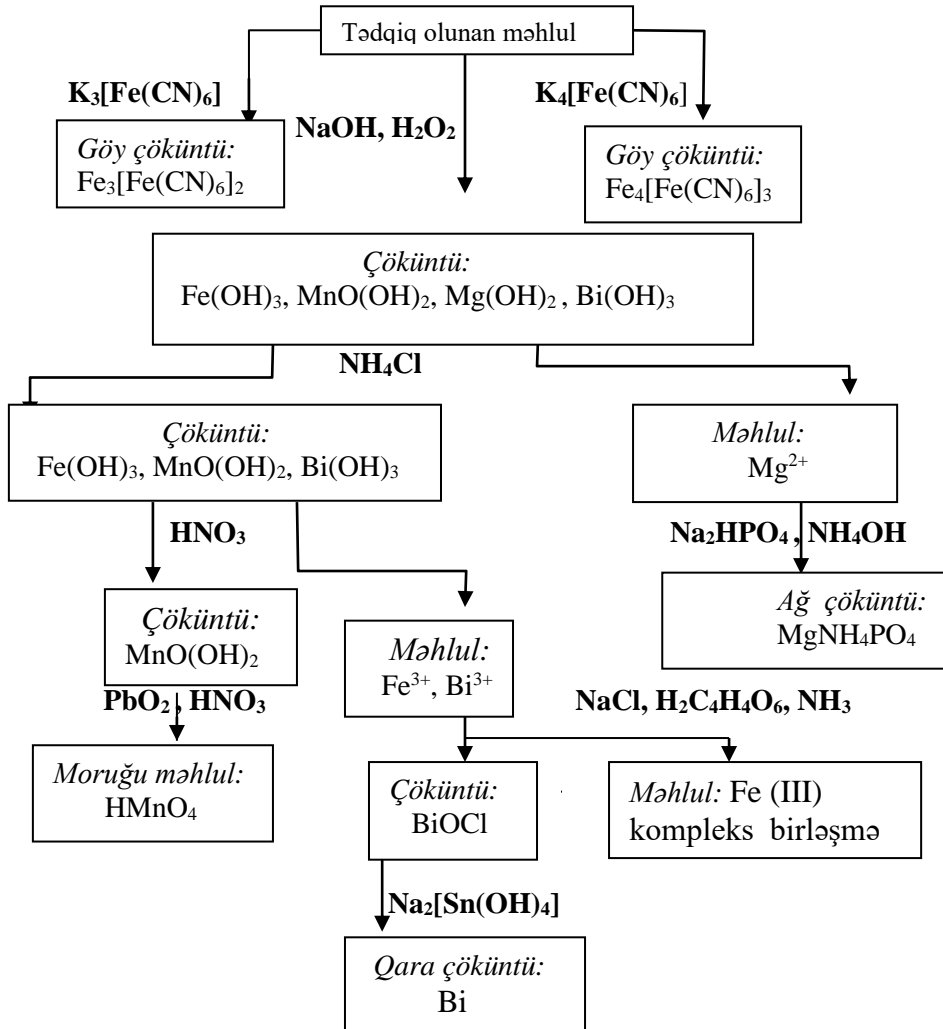
4. *Çöküntünün tədqiqi.* Mg^{2+} -u ayırdıqdan sonra qalan çöküntüyə 10 damcı 2N HNO_3 əlavə edərək qarışdırılır. Bu zaman dəmir və bismut hidrokidləri həll olur, məhlulda isə $\text{MnO}(\text{OH})_2$ qalır. Qarışıq sentrifuqalanır, məhlul çöküntüdən ayrılır. Çöküntünün tünd-qəhvəyi rəngi manqanın olduğunu göstərir. Manqanın təyində də yoxlama təcrübə aparmaq olar.

Mn^{2+} -in təyini. Təmiz sınaq şüşəsinə bir qədər PbO_2 və 3-4 damcı qatı HNO_3 yerləşdirilir, qarışıq su hamamında qızdırılır. Qarışığa şüşə çubuğun köməyi ilə çöküntü əlavə olunur və yenidən 10 dəqiqə su hamamında qızdırılır. Məhlulun rəngi çöküntü ayrıldıqdan sonra müşahidə edilir. Məhlulun moruğu rəngi HMnO_4 əmələ gəlməsi ilə izah olunur və bu da Mn^{2+} olduğunu təsdiq edir.

Bi^{3+} -un ayrılması və təyini. Mn^{2+} -ni ayırdıqdan sonra 5 damcı məhlula 3-4 damcı NaCl məhlulu və bir qədər çaxır turşusu əlavə edilir. Bu qarışığa damcı-damcı $\text{pH} \approx 3$ olana qədər çaxır turşusu əlavə edilir (yoxlama universal lakmus kağızı ilə aparılır). Əgər məhlulda bismut ionu varsa, onda əsasi-bismut-xlorid ağ rəngli çöküntü alınır və sentrifuqa vasitəsi ilə məhluldan ayrılır. Çöküntünün bir hissəsinə təzə hazırlanmış natrium-stannit məhlulu əlavə edilir. Çöküntünün dərhal qaralması Bi^{3+} -un olmasını göstərir.

Natrium – stannitin məhlulunu hazırlamaq üçün SnCl_2 məhluluna damcı-damcı 10%-li NaOH məhlulu ağ çöküntü əmələ gələnə və sonra həll olana qədər tökülür.

V ANALİTİK QUP KATIONLARI QARIŞIĞININ ANALİZ SXEMİ



Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

6

VI analitik qrup kationları

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- Na₂S
- HNO₃ və 3HCl qarışığı
- Hg(NO₃)₂
- KJ
- SnCl₂
- NH₃
- NH₄Cl
- CuSO₄
- KOH
- CuSO₄
- K₄[Fe(CN)₆]
- H₂SO₄
- Na₂SO₄
- sentrifuqa
- sınaq şüşələri

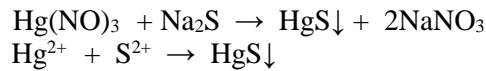
VI analitik qrupa Cu²⁺, Hg²⁺, Co²⁺, Ni²⁺, Cd²⁺ kationları daxildir. Bu kationlarının xlorid, sulfat və nitratları suda yaxşı həll olur. Cu²⁺ məhlulları mavi, Co²⁺ məhlulları çəhrayı, Ni²⁺ məhlulları isə yaşıl rəngli olur. Bu kationların hidrokksidləri çətin həll olan zəif elektrolitlərdir. Cu(OH)₂, Hg(OH)₂ davamsızdır, Cu(OH)₂ –ni qızdırdıqda, Hg(OH)₂ isə adi otaq temperaturunda uyğun oksid və suya parçalanır.

Bu qrupun kationları üçün kompleksmələgətirmə reaksiyaları xarakterikdir. Qrup reaktivi ammonyak məhluludur. Ammonyakın artığında suda həll olan kompleks birləşmələr ([Cu(NH₃)₄]²⁺, [Hg(NH₃)₄]²⁺, [Co(NH₃)₆]²⁺, [Ni(NH₃)₆]²⁺, [Cd(NH₃)₄]²⁺) əmələ gəlir.

Mis, civə, kobalt dəyişkən oksidləşmə dərəcəsinə malik olduqlarına görə onlar üçün oksidləşmə-reduksiya reaksiyaları xarakterikdir. Bu reaksiyalardan bəziləri ayrı-ayrı təyinatlarda istifadə olunur.

Hg²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

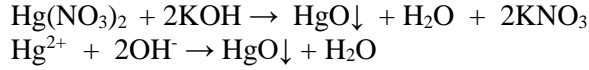
1. *Hidrogen-sulfid H₂S və həll olan sulfidlər* Hg²⁺-ni duzlarının məhlullarından civə-sulfid HgS çöküntüsü şəklində ayırır:



Çöküntü turşularda həll olmur. Lakin çar arağında (HNO_3 və 3HCl qarışığı) həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsində 2 damcı ikivalentli civə duzu məhluluna 2 damcı Na_2S məhlulu əlavə edilir.

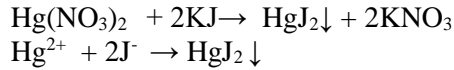
2. *Qələvilər* ikivalentli civə duzları ilə sarı rəngli civə 2-oksidi HgO çöküntüsü verir:



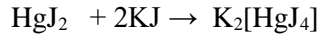
Çöküntü turşularda həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 ml ikivalentli civə duzu məhluluna 2 ml qələvi məhlulu əlavə edilir.

3. *Kalium-yodid KJ* ikivalentli civə duzu ilə sarı rəngli civə 2-yodid – HgJ_2 çöküntüsü verir:

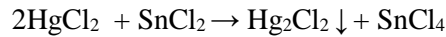


Çöküntü reaktivin artığında həll olaraq rəngsiz kompleks birləşmə əmələ gətirir:

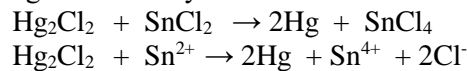


İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 ml civə 2-nitrat $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ məhlulu töküüb, üzərinə əvvəlcə 2 ml, sonra artıqlaması ilə KJ məhlulu əlavə edilir. Çöküntünün əmələ gəlməsi və sonra həll olması müşahidə olunur.

4. *Qalay-2-xlorid* SnCl_2 ikivalentli civə duzlarını həll olmayan ağ rəngli civə 1-xloridə qədər reduksiya edir.

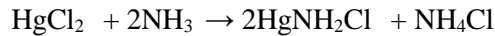


Reaktivin artığında reduksiya davam edir:



İŞİN GEDİŞİ: 2 ml ikivalentli civə duzu məhluluna əvvəl 1-2 ml, sonra artıqlaması ilə SnCl_2 məhlulu əlavə edilir.

5. Ammonyak məhlulu Hg^{2+} -i ağ rəngli çöküntü - civə 2-amid-xlorid HgNH_2Cl şəklində çökdürür:



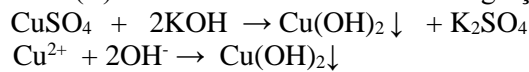
Çöküntü turşularda və ammonyak məhlulunun artıq miqdarında həll olur:



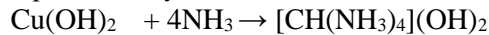
İŞİN GEDİŞİ: 2 ml civə 2-xlorid məhluluna 2 ml ammonyak məhlulu əlavə edilir. Çöküntünün əmələ gəlməsini və reaktivin artığında həll olması müşahidə edilir.

Cu^{2+} kationunun təyini reaksiyaları

1. *Qələvilər* $\text{Cu}(\text{II})$ duzları məhlulundan mavi rəngli çöküntü $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ayırır:

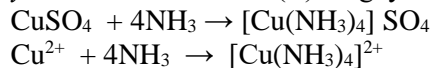


Çöküntü qatı ammonyak məhlulunda həll olur:



İŞİN GEDİŞİ: 2 ml mis(II) duzu məhluluna 2 ml qələvi məhlulu əlavə edərək, çöküntünün əmələ gəlməsini müşahidə edirlər.

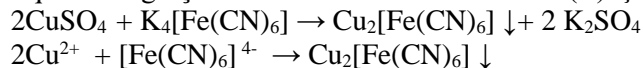
2. *Ammonyakın sulu məhlulu* $\text{Cu}(\text{II})$ ilə göy rəngli kompleks birləşmə əmələ gətirir:



Reaksiya Cu^{2+} ionu üçün xarakterikdir, onun təyində istifadə olunur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 ml $\text{Cu}(\text{II})$ duzu məhluluna artıqlaması ilə ammonyak məhlulu əlavə edilir.

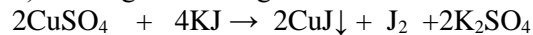
3. *Kalium- heksasianoferrat (II)* $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (sarı qan duzu) neytral və ya zəif turş mühitdə $\text{Cu}(\text{II})$ duzlarını qırmızı-qonur rəngli çöküntü – mis –heksasianoferrat (II) şəklində ayırır:



Çöküntü duru turşularda həll olmur, ammonyak məhlulunda isə həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 ml mis(II) duzu məhluluna 2 ml sarı qan duzu məhlulu əlavə edib çöküntünün ayrılması müşahidə edilir.

4. *Kalium-yodid* KJ ilə mis(II) duzu arasında reaksiya sərbəst yodun ayrılması və ağ çöküntü – mis(I)-yodid (CuJ) əmələ gəlməsi ilə gedir:



İşin gedişi: 2 ml CuSO_4 məhluluna 2 ml KJ məhlulu əlavə edərək, məhlulun rənginin dəyişməsini müşahidə edirlər..

VI analitik qrup kationları qarışığının analizi

1 ml VI qrup kationları qarışığı məhluluna qələvi mühit alınana qədər qatı ammonyak məhlulu və 3-4 damcı 6 N ammonium-xlorid məhlulu əlavə edərək qarışdırılır.

Cu²⁺ ionlarının təyini: Məhlulun göy rəngə boyanması tərkibdə Cu^{2+} ionlarının $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ şəklində mövcudluğunu göstərir.

Cu⁺ və Hg²⁺ -in çökdürülməsi:

10 damcı ammonyak məhluluna damcı-damcı turş mühitə qədər duru sulfat turşusu, sonra bir-bir natrium-tiosulfat kristalları əlavə edərək qızdırırlar. Cu_2S , HgS və S çöküntüləri əmələ gəlir. Sentrifuqa vasitəsilə sentrafuqatı çöküntüdən ayırırlar.

Bütün qrupların sistematik analizində maqnezium, mis və civə ammiqatları ilə birlikdə məhlulda qalır. Cu_2S və HgS -in çökdürülərək ayrılmasından sonra, sentrafuqatda qalan Mg-u natrium - hidrofosfatın köməyiylə təyin etmək olar.

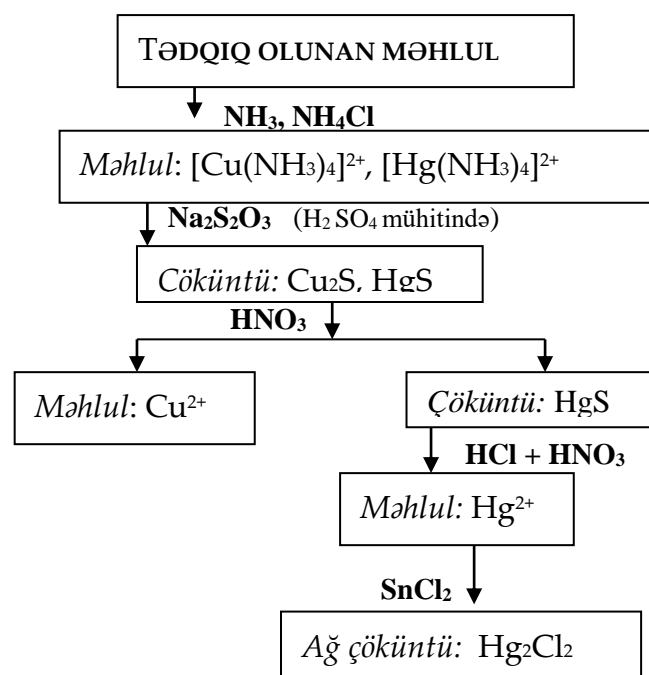
Əgər yalnız VI qrup kationlarının analizi aparılırsa, Cu_2S və HgS çökdürüldükdən sonra sentrafuqat atılır. Çöküntü bir neçə damcı NH_4Cl -in iştirakında su ilə yuyulur. Yuyulmuş çöküntünü qızdırmaqla 6-7 damcı 3N HNO_3 ilə işləyirlər. Cu_2S həll olur.

Hg²⁺ varlığının yoxlanması.

Qalan qara çöküntünü (HgS) kiçik çini qabda 6-8 damcı “çar arağı” vasitəsilə işləyir (sorucu şkafda) və turşunun artığını qurudurlar. Soyutduqdan sonra qalan artığı bir neçə damcı su ilə duruldurlar. Alınan məhlulun 3 damcısına 3 damcı SnCl_2 məhlulu əlavə edirlər. Məhlulda Hg^{2+} mövcuddursa, ağ çöküntü – Hg_2Cl_2 əmələ gəlir.

Əgər məhlulda mis ionları yoxdursa, HgS -i çökdürməyə ehtiyac yoxdur. Hg^{2+} ionunu təyin etmək üçün 3 damcı ammonyaklı məhlulda xlorid turşusu vasitəsilə turş mühit yaradaraq Hg^{2+} ionunu SnCl_2 vasitəsilə təyin edirlər.

VI ANALİTİK QRUP KATIONLARI QARIŞIĞININ ANALİZ SXEMİ



Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

7

I - VI analitik qrup kationları qarışığının analizi

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- HCl
- $K_3[Fe(CN)_6]$
- 2N NaOH
- Nessler reaktivi
- qatı HNO_3
- $NaBiO_3$ H_3PO_4
- 4N H_2SO_4
- Na_2HPO_4
- K_2CO_3
- kalium-heksahidroksostibat
- 6N HCl
- 10%-li NaOH
- H_2O_2
- NH_4Cl
- Na_2HPO_4
- NH_4OH
- setrifuqa
- sınaq şüşələri

1. **SINAQ TƏCRÜBƏSİ.** İlk məhluldan götürərək ayrı-ayrılıqda Fe^{2+} , Fe^{3+} , və NH_4^+ ionları fərdi üsulla təyin edilir.

Ca^{2+} və Mg^{2+} ionlarını da fərdi metodla təyin etmək məqsədəuyğundur, belə ki, analizin gedişində onları itirmək olar. Mn^{2+} və Na^+ da belə metodla təyin edilir.

Fe^{2+} -in təyini. 2-3 damcı ilkin məhlula 2 damcı HCl (1:3) və 1 damcı $K_3[Fe(CN)_6]$ əlavə edilir. Çöy rəngli çöküntü Fe^{2+} -ün varlığını göstərir.

NH_4^+ -in təyini. 3 damcı ilkin məhlula artıqlaması ilə 2N NaOH tökülür, qarışdırılır. Məhlul sentrifüqalanır.

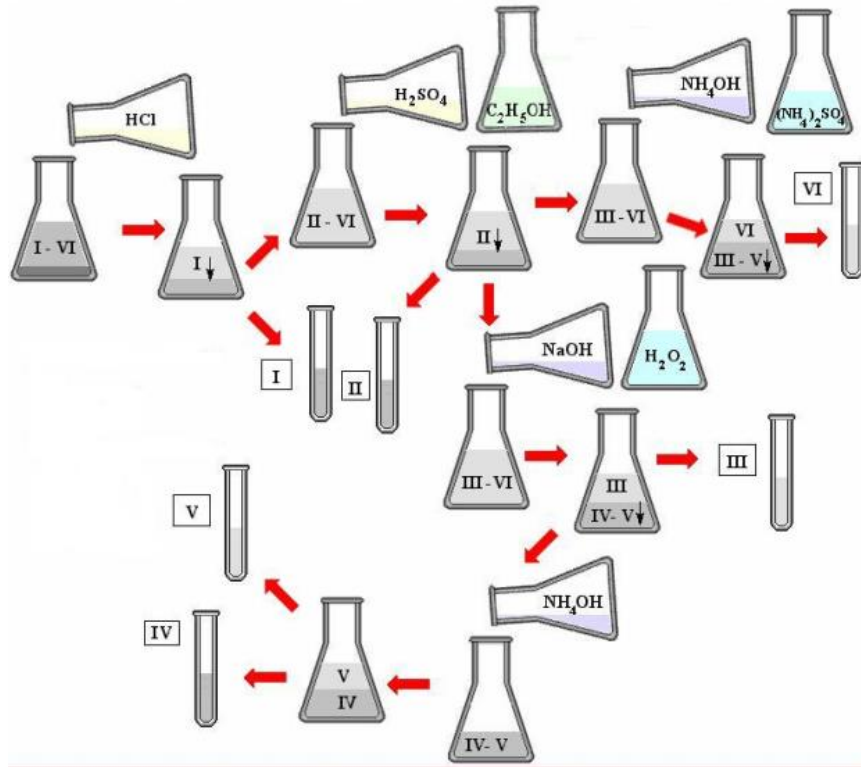
Müxtəlif kationların çətin həll olan hidrokidləri çöküntüdə qalır. 2 damcı sentrifüqata 4-5 damcı Nessler reaktivi ($K_2[HgI_4(H_2O)_2]$) əlavə edilir. Qırmızı-qonur rəngli çöküntünün əmələ gəlməsi NH_4^+ ionunun varlığını göstərir.

Mn^{2+} -in təyini. 1-2 damcı ilkin məhlula 1-2 damcı qatı HNO_3 , 2 damcı su və bir neçə $NaBiO_3$ dənəciyi əlavə edilir. Çalxalanır və sentrifüqalanır. Əgər məhlulda Mn^{2+} ionları varsa, sentrifüqat moruğu rəngə boyanır. Məhluldakı sarı rəngli dəmir duzlarını MnO_4^- ionlarının rəngi maskalayır. Bu halda 1-2 damcı H_3PO_4 əlavə edilir, Fe^{3+} ionları rəngsiz kompleks şəklində pərdələnir.

Ca²⁺ -in təyini. Analiz olunan məhlulun 2 damcısına 2 damcı 4N H₂SO₄ əlavə edib, əmələ gələn çöküntünü məhluldan ayırırlar. 1 damcı sentrifuqatı saat şüşəsi üzərinə töküüb, buxarlandırır və mikroskop altında baxırlar. Ca²⁺ ionları xarakterik iynəvari CaSO₄·2H₂O kristalları əmələ gətirir.

Mg²⁺ -in təyini. 3 damcı analiz olunan məhlula 2N NaOH məhlulu əlavə etməklə qələvi mühit yaradılır, sonra qələvinin artığı (2-3 damcı) əlavə edilir, qarışdırılır və setrifuqa vasitəsilə çöküntü ayrılır. Çöküntü 2 dəfə isti su ilə yuyulur və ona 3 damcı qatı ammoniyak məhlulu, 1 damcı 6N NH₄Cl məhlulu əlavə edərək qarışdırılır və sentrifuqalanır. Saat şüşəsi üzərinə 2 damcı sentrifuqat və kənarında 1 damcı Na₂HPO₄ yerləşdirilir. Məhlullar şüşə çubuqla birləşdirilir, sürtülərək alov üzərində azca qurudulur və soyudulur. Məhlulda Mg²⁺ olduqda MgNH₄PO₄-ün xarakterik kristalları əmələ gəlir.

Na⁺ -in təyini. 5 damcı məhlula qələvi mühit əmələ gələnə qədər damcı-damcı K₂CO₃ məhlulu əlavə edilir (lakmus kağızı ilə yoxlanılır), sentrifuqalanır.



Sentrifuqatda Na⁺ kationları mikrokristalloskopik reaksiya ilə uranilasetat və ya kalium-heksahidroksostibiət (V) vasitəsilə təyin edilir.

2. **II qrup kationlarının ayrılması və analizi.** 2 ml məhlula çöküntünün ayrılması dayanana qədər 6N HCl məhlulu əlavə edilir. Çöküntü sentrifuqa vasitəsilə ayrılır, duru xlorid turşusu ilə yuyulur və analiz edilir.

3. **III qrup kationlarının ayrılması və analizi.** II qrup kationları ayrıldıqdan sonra analiz edilir.

4. **I və IV qrup kationlarının ayrılması və analizi.**

III qrup kationlarını ayırdıqdan sonra qələvi mühit yaranana qədər sentrifuqata 10%-li NaOH məhlulu, sonra 10 damcı da artıq miqdarı əlavə edilir. 10-12 damcı H₂O₂ tökülərək qarışdırılır və su hamamında qızdırılır. Məhlul çöküntüdən sentrifuqa ilə ayrılır. Çöküntüdə V və VI qrup kationlarının hidroksidləri qalır.

Sentrifuqat 2 yerə bölünür. Bir hissə IV qrup kationlarına görə analiz edilir. İkinci hissə çini qaba yerləşdirilib ammonium duzlarının tam kənar edilməsinə qədər közərdilir və analiz edilir (I qrup kationları).

5. **V və VI qrup kationlarının qarışıq analizi.** Çöküntünü qələvi və peroksidlə işlədikdən sonra (4 bənd) 2-3 dəfə ammonium-nitrat iştirakı ilə isti su ilə yuyulur. Sonra çöküntüyə 10 damcı 2N HNO₃ məhlulu, 4-5 damcı hidrogen-peroksid əlavə edilir, çöküntü həll olana qədər qarışdırılır. Əgər çöküntü tam həll olursa, daha bir neçə damcı HNO₃ və H₂O₂ əlavə edilir və zəif qızdırılır.

Alınan məhlula qələvi mühit yaranana qədər qatı ammonyak məhlulu və sonra 6-8 damcı artıq miqdarı əlavə edilir. Sonra 4-5 damcı 6N NH_4Cl məhlulu və 2-3 damcı H_2O_2 əlavə edilir. Qarışdıraraq qızdırılır. Soyutduqdan sonra setrifuqalanır, çöküntü məhluldan ayrılır.

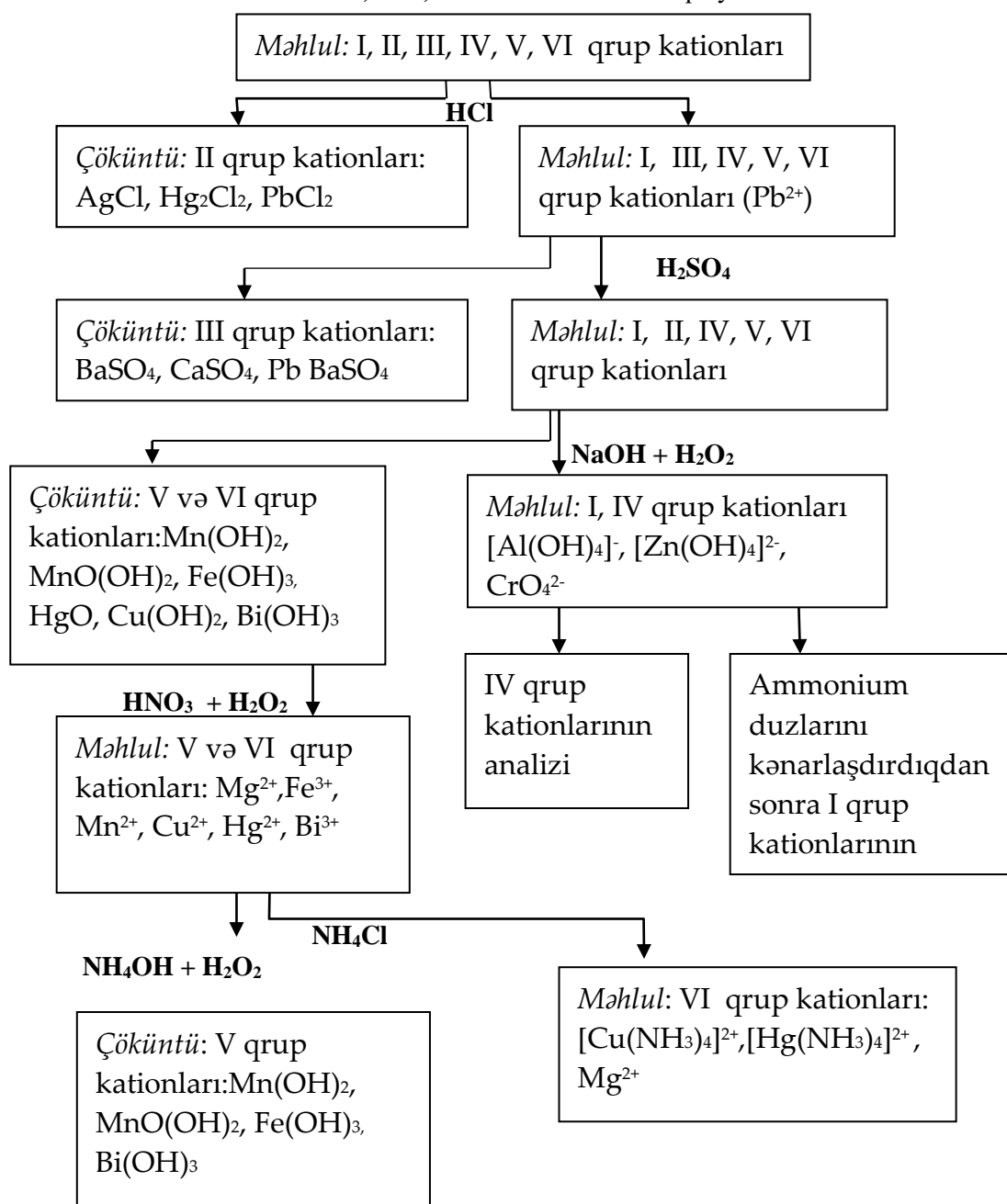
Tərkibində V qrup kationları olan çöküntü 2-3 dəfə duru ammonyak məhlulu ilə yuyulur, analiz edilir.

Tərkibində VI qrup kationları və Mn-nin ammonyakla əmələ gətirdiyi kompleks olan sentrafuqat analiz olunur.

CuS və HgS natrium-tiosulfatın köməyiylə ayrıldıqdan sonra məhlulda Mg^{2+} ionları qalır ki, onları da Na_2HPO_4 və NH_4OH vasitəsilə təyin etmək olar.

KATIONLARIN SİSTEMLİ ANALİZİ

NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+} kationlarının sınaq təyinatı



Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

8 Anionların analizi

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- Na_2HPO_4 , Na_2CO_3 , Na_2SO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$
- H_2SO_4 , HNO_3 , HCl , H_2O_2
- MgCl_2 , CaCl_2 , BaCl_2
- $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, NH_4OH , $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$
- $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_5]$
- KMnO_4 , K_2CrO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- AgNO_3 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
- I_2 məhlulu
- CH_3COONa
- sınaq şüşələri
- sentrifuqa
- qaz lampası

Anionların vəsfi analizi kationların analiz üsulundan fərqlənir. Anionların analitik qruplara bölünməsinin əsasını barium və gümüş duzlarının həllolma müxtəlifliyinə əsaslanır. Anionların qruplara bölünməsinin müxtəlif variantları vardır. Bu dərslikdə geniş yayılmış variantlardan biri – anionların üç analitik qrupa bölünməsi təklif olunur.

Qrup	Anionlar	Qrup reaktivi	Qrupun xarakteristikası
1	SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , SO_3^{2-} , RO_4^{3-} , SiO_3^{2-}	Neytral və zəif əsasi mühitdə BaCl_2	Barium duzları suda həll olmur
2	S^{1-} , Vq^- , I^- , S^{2-}	HNO_3 iştirakında AgNO_3	Gümüşün duzları suda və duru turşularda həll olmur
3	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-	Qrup reaktivi yoxdur	Barium və gümüş duzları suda həll olur

I qrup anionlar: fosfat – PO_4^{3-} , sulfat – SO_4^{2-} , sulfid – SO_3^{2-} , karbonat – CO_3^{2-} , tiosulfat – $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, xromat – CrO_4^{2-} , dixromat – $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, borat – BO_2^- (və ya tetraborat $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$) və oksalat – $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ionlarıdır. Bu anionlar Ba^{2+} ionu ilə suda çətin həll olan duzlar əmələ gətirir. Qrup reaktivini neytral və ya zəif əsasi mühitdə barium-xloriddir (BaCl_2).

II qrup anionlar: xlorid – Cl^- , bromid – Br^- , yodid – I^- , sulfid – S^{2-} və rodanid – SCN^- ionlarıdır. Bu anionlar Ag^+ ionu ilə suda çətin həll olan, duru nitrat turşusunda həll olmayan duzlar əmələ gətirir. Qrup reaktivini duru nitrat turşusu mühitində gümüş – nitratdır (AgNO_3).

III qrup anionları: nitrat – NO_3^- , nitrit – NO_2^- , asetat – CH_3COO^- ionlarıdır. Bu anionların gümüş və barium duzları suda yaxşı həll olur. Qrup reaktivini yoxdur.

Rus alimi N.A. Tananayev anionların oksidləşmə-reduksiya xassələrinə görə təsnifatını vermişdir. Bu təsnifata əsasən anionlar üç qrupa bölünür:

I qrup – oksidləşdirici anionlar: MnO_4^- , CrO_4^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , AsO_4^{3-} , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ və s.;

II qrup – reduksiyaedici anionlar: Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SCN^- , AsO_3^{3-} , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ və s.

III qrup – indiferent anionlar: SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , BO_2^- , SiO_3^{2-} , CH_3COO^- , CO_3^{2-} .

Anionların ümumən qəbul olunmuş sistemli analizi yoxdur. Kationlardan fərqli olaraq, anionları təyin etmək üçün onları əvvəlcədən ayırmaq lazım deyil. Anionlar təyin olunarkən bir-birinə mane olmur. Buna uyğun olaraq qrup reaktivini anionları qruplara bölmək üçün deyil, onları təyin etmək üçün istifadə olunur.

Ayrı-ayrı anionları təyin edərkən nəzərə almaq lazımdır ki, barium və gümüş duzları ilə əmələ gələn çöküntülərin xarici görünüşü oxşar olur. Buna görə ayrı-ayrı çöküntülərin turşularda və ya digər reaktivlərdə həllolma dərəcəsinə və xarakterinə xüsusi diqqət yetirmək lazımdır.

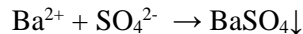
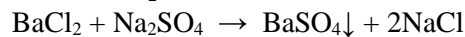
I qrup anionlarının səciyyəvi reaksiyaları

I qrup anionlara PO_4^{3-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , CrO_4^{2-} ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$), BO_2^- ($\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$) $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ daxildir. Qrup reaktivini neytral və ya zəif əsasi mühitdə BaCl_2 -dir. Belə ki, bu anionların barium duzları (BaSO_4 -dən başqa) turşularda həll olur.

Ag^+ ionu bu anionlarla (SO_4^{2-} və CrO_4^{2-} -dan başqa) suda çətin, duru nitrat turşusunda asan həll olan duzlar əmələ gətirir. CrO_4^{2-} anionları sarı, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ narıncı rəngdə, qalan anionlar isə rəngsiz olur.

SO_4^{2-} – ionunun təyini reaksiyaları.

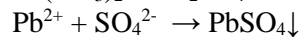
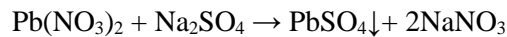
1. *Barium-xlorid*- BaCl_2 duru sulfat məhlullarından ağ çöküntü – BaSO_4 ayırır:



BaSO_4 turşularda həll olmur. Bu xassəsi ilə də o, digər I qrup anionlarının barium duzlarından fərqlənir.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı natrium-sulfat Na_2SO_4 məhluluna 2 damcı barium-xlorid məhlulu əlavə olunaraq çöküntünün ayrılması müşahidə edilir.

2. *Qurğuşun 2-asetat* ($\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ və *qurğuşun 2-nitrat* $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ sulfat məhlulundan qurğuşun 2-sulfat – PbSO_4 ağ rəngli çöküntü ayırır:

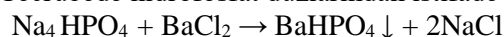


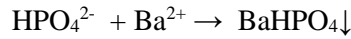
Çöküntü nitrat turşusunda həll olmur. Qələvi məhlullarında, eləcə də, qatı ammonium-asetatda çətinliklə həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Na_2SO_4 məhluluna 2 damcı $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ məhlulu əlavə edib, çöküntünün əmələ gəlməsini müşahidə edirlər.

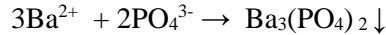
PO_4^{3-} – fosfat ionunun təyini reaksiyaları.

1. *Barium-xlorid* BaCl_2 neytral mühitdə fosfat məhlulundan barium - hidrofosfatın amorf çöküntüsünü ayırır. Təcrübədə hidrofosfat duzlarından istifadə olunur.



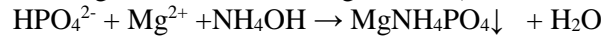
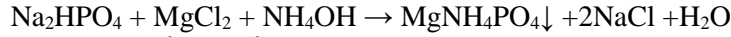


Çöküntü mineral turşularda (sulfat turşusundan başqa) və sirkə turşusunda həll olur. Reaksiyanı zəif mühitdə Na_3PO_4 məhlulu ilə aparsaq, $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$ çöküntüsü ayrılır:



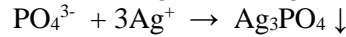
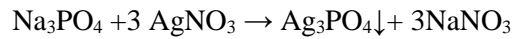
İŞİN GEDİŞİ: 4 damcı natrium-hidrofosfat məhluluna 4 damcı barium-xlorid əlavə edilir. Çöküntünün duru xlorid və nitrat turşularında həll olması yoxlanılır.

2. *Maqnezial qarışıq* (ammonyak, ammonium-xlorid və maqnezium-xloridin suda məhlulu) duru məhlullardan ağ kristal çöküntü – maqnezium-ammonium-fosfat ayırır:



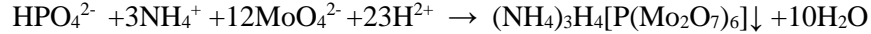
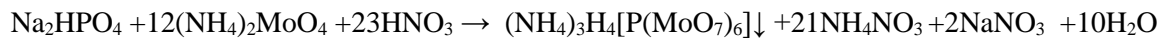
İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı natrium-hidrofosfat məhlulu tökərək, ona 2 damcı ammonium-xlorid, daha sonra 2 damcı ammonyak və 2 damcı maqnezium-xlorid məhlulu əlavə edilir. Əmələ gələn çöküntünün duru HCl və HNO_3 turşularında həll olması yoxlanılır.

3. *Gümüş-nitrat* AgNO_3 fosfat ionu ilə sarı rəngli gümüş-fosfat çöküntüsü verir. Bu çöküntü nitrat turşusunda və ammonyak məhlulunda asan həll olur. Tam çökmə yalnız neytral və zəif qələvi mühitdə mümkündür:



İŞİN GEDİŞİ: 4 damcı Na_3PO_4 məhluluna 4 damcı AgNO_3 məhlulu əlavə edilir. Çöküntü ilə birgə məhlul 2 hissəyə bölünür. Çöküntünün HNO_3 və ammonyak məhlulunda həll olması müşahidə edilir.

4. *Ammonium-molibdat* – $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ nitrat turşusu mühitində artıq miqdar hidrofosfat duzuna əlavə olunduqda sarı rəngli kristallik çöküntü əmələ gətirir:



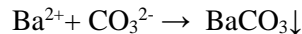
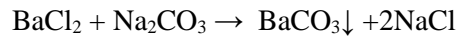
Çöküntü qələvilərdə və ammonyak məhlulunda asanlıqla həll olur. Bundan başqa, çöküntü qələvi metalın fosfatının artığında da həll olur. Bunun üçün reaktivli artırılması ilə götürmək lazımdır. SO_3^{2-} ionları, eləcə də digər reduksiyaedicilər bu reaksiyaya mane olur. Reaksiya çox həssasdır və PO_4^{3-} ionu üçün xarakterikdir.

SO_3^{2-} və $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ionları reaksiyaya mane olur. Bu ionlar Mo(VI)-i reduksiya edir və məhlul göy rəngə boyanır – molibden göyü əmələ gəlir.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 5 damcı ammonium-molibdat $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ məhlulu töküb, 1 damcı qatı nitrat turşusu əlavə edərək qızdırır və 1 damcı natrium - hidrofosfat damızdırırlar. Sınaq şüşəsinə sakit qoyub çöküntünün ayrılmasını müşahidə edirlər.

CO_3^{2-} karbonat ionunun təyini reaksiyaları.

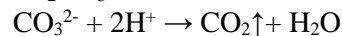
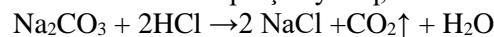
1. *Barium-xlorid* BaCl_2 karbonat məhlullarından soyuqda ağ çöküntü – barium -karbonat ayırır:



Çöküntü duru xlorid, nitrat və sirkə turşularında asanlıqla həll olur, qaynatdıqda kristallaşır.

İŞİN GEDİŞİ: 5 damcı Na_2CO_3 məhluluna barium-xlorid əlavə edib, alınan çöküntünün duru turşularda həll olmasını yoxlayırlar.

2. *Turşular* bütün karbonatları parçalayaraq, karbon-dioksidin ayrılmasına səbəb olur:

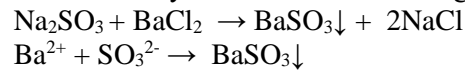


Bu reaksiya karbonatlar üçün xarakterikdir.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Na_2CO_3 məhluluna damcı-damcı xlorid turşusu əlavə edərək, qazın ayrılmasını müşahidə edirlər.

SO₃²⁻ - sulfid ionunun təyini reaksiyaları.

1. *Barium-xlorid* BaCl₂ neytral mühitdə sulfidləri ağ çöküntü – barium sulfid şəklində çökdürür:

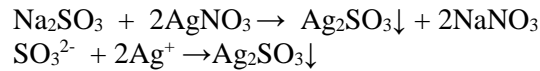


Çöküntü duru xlorid və nitrat turşusunda həll olur.

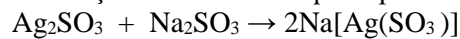
İŞİN GEDİŞİ: 4 damcı natrium-sulfid məhluluna 4 damcı barium-xlorid əlavə edirlər.

Çöküntü ilə məhlulu 2 hissəyə bölüb, onun turşularda (HNO₃ və HCl) həll olmasını yoxlayırlar. Əgər çöküntü turşularda həll olmur, deməli çöküntüdə barium-sulfat mövcuddur.

2. Gümüş-nitrat AgNO₃ sulfid məhlullarından neytral mühitdə ağ kristallik çöküntü - gümüş sulfid ayırır:

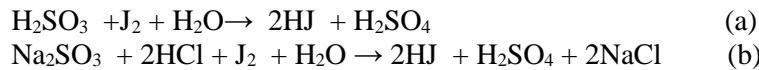


Çöküntü duru nitrat turşusunda və ammoniyak məhlulunda həll olur. Qələvi torpaq metallarının sulfidlərinin artığında bu çöküntü həll olaraq kompleks duz əmələ gətirir:



İŞİN GEDİŞİ: sınaq şüşəsinə 5 damcı natrium-sulfid məhlulu töküüb, üzərinə 6 damcı gümüş-nitrat məhlulu əlavə edilir. Əmələ gələn çöküntünü üç hissəyə bölüb onun duru nitrat turşusunda, ammoniyak və natrium-sulfid (artıqlaması ilə) məhlullarında həll olmasını yoxlanılır.

3. *Yod J₂ məhlulu* sulfid turşusu (a) və sulfid (turş mühitdə) məhlullarında (b) rəngsizləşir:



Reaksiyanı zəif turş mühitdə aparmaq lazımdır. Belə ki, qələvi mühitdə yod sulfidlər olmadıqda belə rəngsizləşir. Reaksiya çox həssasdır.

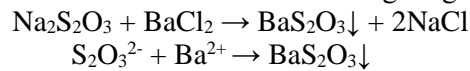
İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı sulu yod məhluluna 1 damcı duru HCl və qarışdıraraq damcı-damcı natrium-sulfid əlavə edilir. Məhlulun tədricən rəngsizləşməsi müşahidə olunur.

4. *Natrium-hidroprussid* Na₂[Fe(CN)₅NO] sulfidlərin neytral məhlullarını çəhrayı-qırmızı rəngə boyayır. Sink-sulfat məhlulunun artığında rəng al-qırmızı olur. Məhlula azca sarı qan duzu K₄[Fe(CN)₅] əlavə etdikdə reaksiyanın həssaslığı artır.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı natrium-sulfid məhluluna 1 damcı natrium-nitroprussid və 3 damcı sink-sulfat tökərək, məhlulun rənginin dəyişməsinə, sonra 1 damcı durulaşdırılmış K₄[Fe(CN)₆] məhlulu əlavə edərək, çöküntünün ayrılmasını müşahidə edirlər.

S₂O₃²⁻ tiosulfat ionunun təyini reaksiyaları. S₂O₃²⁻ - H₂S₂O₃ –ün anionudur. H₂S₂O₃ davamsız turşudur və sərbəst halda mövcud deyil. Qələvi metal duzları davamlıdır, lakin suda hidrolizə uğrayır. Tiosulfatlar güvvətli reduksiyaediciyədir.

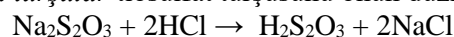
1. *Barium-xlorid* BaCl₂ tiosulfat ionu ilə ağ rəngli çöküntü – barium-tiosulfat əmələ gətirir:



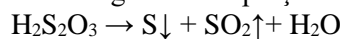
Çöküntü isti suda, həmçinin duru mineral turşularda (sulfat turşusundan başqa) həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: 2-3 damcı Na₂S₂O₃ məhluluna eyni miqdar BaCl₂ məhlulu əlavə edərək, sınaq şüşəsinin divarlarını şüşə çubuqla sürtürlər. Əmələ gələn çöküntünü 2 hissəyə bölür, qaynar suda və duru HNO₃ –də həll olmasını yoxlayırlar.

2. *Mineral turşular* tiosulfat turşusunu onun duzlarından çıxarırlar.



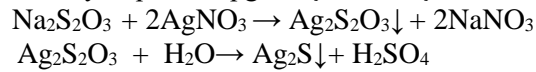
Tiosulfat turşusu əmələ gələn kimi parçalanır və məhlul bulanır:



Bu reaksiyaya əsasən sulfidlərin iştirakı ilə tiosulfatları təyin etmək olar.

İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 4 damcı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ məhlulu, üzərinə eyni miqdarda HCl töküb qızdırırlar. Sarımtıl çöküntü əmələ gəlir.

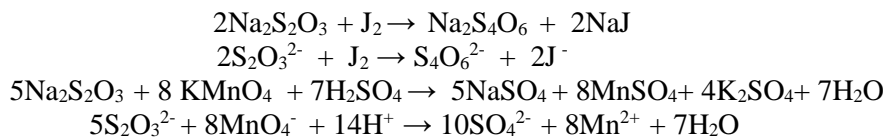
3. *Gümüş-nitrat* AgNO_3 tiosulfatlar ilə ağ rəngli çöküntü - $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$ əmələ gətirir ki, o da tezliklə saralır, bozalar və nəhayət qaralaraq gümüş-sulfidə çevrilir:



Çöküntü $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -ün artığında həll olaraq kompleks ion $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)]^-$ əmələ gətirir. Buna görə reaksiya zamanı AgNO_3 -ün artığını əlavə etmək lazımdır. Reaksiya tiosulfat ionu üçün xarakterikdir.

İŞİN GEDİŞİ: 1-2 damcı natrium-tiosulfat məhluluna 3-4 damcı gümüş-nitrat məhlulu əlavə olunur. Çöküntünün rənginin dəyişməsi müşahidə edilir.

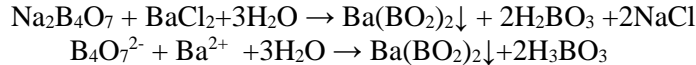
4. *Oksidləşdiricilər* (KMnO_4 – kalium-permanqanat və ya J_2 –yod) tiosulfat ilə reduksiya olunur. Bu zaman məhlul rəngsizləşir:



İŞİN GEDİŞİ: sınaq şüşəsinin birinə 5 damcı yod məhlulu, digərinə 5 damcı 0,1N kalium-permanqanat məhlulu və 1 damcı 2N H_2SO_4 məhlulu tökülür. Hər iki sınaq şüşəsinə məhlul rəngsizləşənə qədər damcı-damcı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ məhlulu əlavə edilir.

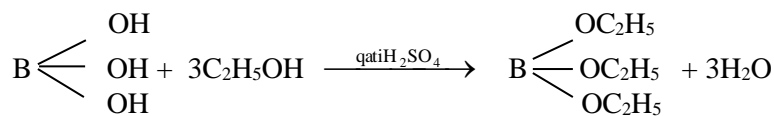
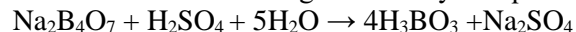
BO_2^- və $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ borat ionlarının təyini reaksiyaları. Ortoborat turşusu – H_3BO_3 rəngsiz kristallik maddədir, zəif elektrolitdir. Borat turşusunun duzları ortoborat turşusu deyil, metaborat – HBO_2 və ya tetraborat – $\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$ turşusuna uyğun gəlir.

1. *Barium-xlorid* BaCl_2 qatı boraks məhlulları ilə ağ rəngli çöküntü – barium - metaborat əmələ gətirir ki, bu da sirkə, xlorid və nitrat turşularında həll olur:



İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı boraks məhluluna 3 damcı BaCl_2 məhlulu əlavə edirlər.

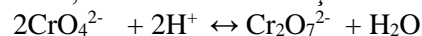
2. *Qatı sulfat turşusu və etil spirti* quru halda götürülən borat turşusu və ya boratlarla qarşılıqlı təsirdə olduqda trimetilborat efiri əmələ gətirir. Efir yandıqda alovun rəngi parlaq-yaşıl rəngə boyanır:



Bu məqsədlə metil spirti götürdükdə uçucu trimetil-borat efiri $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ əmələ gəlir.

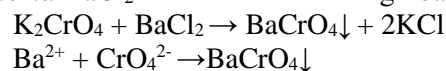
İŞİN GEDİŞİ: çini kasada, yaxud butada 10 damcı borat duzu quruyana qədər buxarlandırılır. Quru qalıq soyudulur, 5 damcı qatı H_2SO_4 məhlulu, 15 damcı spirt (95%-li) əlavə olunur, şüşə çubuqla qarışdırılaraq yandırılır. Borat ionları alovu parlaq yaşıl rəngə boyayır.

CrO_4^{2-} -xromat ionlarının təyini reaksiyaları. Xromat ionu xromat turşusunun (H_2CrO_4) anionudur. Turş mühitdə o, bixromat ionuna keçir:



Bixromat məhluluna qələvi əlavə etdikdə tarazlıq sola doğru dəyişir.

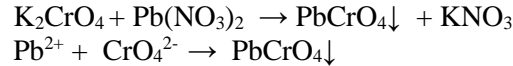
1. *Barium-xlorid* BaCl_2 xromatlarla sarı rəngli barium-xromat çöküntüsü əmələ gətirir:



Çöküntü mineral turşularda həll olur, sirkə turşusunda həll olmur. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ionu BaCrO_4 -1 CH_3COONa –un iştirakı ilə əmələ gətirir.

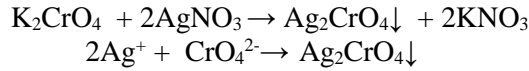
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı kalium –xromat məhluluna 2 damcı BaCl₂ məhlulu əlavə edərək alınan çöküntünün nitrat turşusunda həll olmasını yoxlayırlar.

1. *Qurğuşun 2-nitrat* Pb(NO₃)₂ xromat ionları ilə parlaq-sarı rəngli çöküntü əmələ gətirir:



İŞİN GEDİŞİ: 4 damcı kalium-xromat məhluluna 4 damcı qurğuşun 2- nitrat məhlulu əlavə edirlər. Çöküntünü 3 hissəyə bölüb, nitrat turşusu, qələvi və sirkə turşusunda həll olmasını yoxlayırlar.

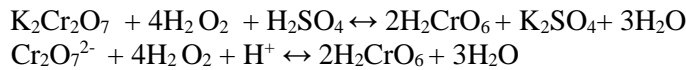
3. *Gümüş-nitrat* AgNO₃ –in xromatlarla qarşılıqlı təsirindən qırmızı-qonur rəngli gümüş –xromat çöküntüsü alınır:



Bixromatlar Ag⁺ ionu ilə çöküntü əmələ gətirmir.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı kalium - xromat məhluluna 2 damcı gümüş-nitrat məhlulu əlavə edirlər. Çöküntünün nitrat turşusunda həll olmasını yoxlayırlar.

4. *Hidrogen-peroksid* H₂O₂ turş mühitdə bixromatları göy rəngli H₂CrO₆ turşusuna qədər oksidləşdirir:

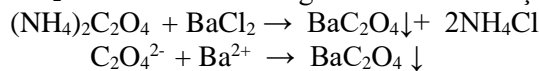


Bu reaksiya CrO₄²⁻ və Cr₂O₇²⁻ ionlarını identifikasiya etməyə imkan verir. H₂CrO₆ məhlulda davamsızdır, parçalanaraq xrom (III) duzlarını əmələ gətirir və göy rəng yaşıl rəngə keçir. Üzvi həlledicilərdə bu turşu daha davamlıdır.

İŞİN GEDİŞİ: Tıxacı olan sınaq şüşəsinə 3 damcı kalium - xromat və ya kalium - bixromat məhlulu töküüb, 1-2 damcı 2N H₂SO₄ məhlulu, sonra 0,5 ml efir və ya amid spirti və 3-4 damcı hidrogen-peroksid əlavə edirlər. Sınaq şüşəsinə tıxacla bağlayıb çalxalayirlar. Layların ayrılmasından sonra efir qatının göy rəngə boyanmasını müşahidə edirlər.

C₂O₄²⁻ - oksalat ionunun təyini reaksiyaları. C₂O₄²⁻ ionu–oksalat turşusunun (H₂C₂O₄) anionudur. Bu turşu suda yaxşı həll olan zəif elektrolitdir.

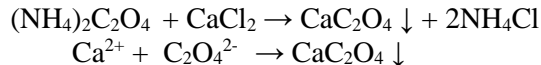
1. Barium –xlorid BaCl₂ xromatlarla sarı rəngli barium-xromat çöküntüsü əmələ gətirir:



Çöküntü xlorid və nitrat turşularında, qızdırdıqda isə sirkə turşusunda həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: 5 damcı ammonium-oksalat məhluluna 5 damcı barium-xlorid məhlulu əlavə edirlər. Çöküntünü iki hissəyə bölüb, xlorid və ya nitrat turşusunda, qızdırdıqda sirkə turşusunda həll olmasını yoxlayırlar.

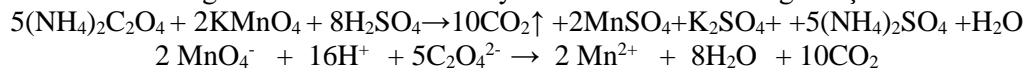
2. *Kalsium-xlorid* CaCl₂ oksalat ionu ilə ağ rəngli kristallik kalsium-oksalat çöküntüsü əmələ gətirir:



Çöküntü mineral turşularda həll olur, sirkə turşusunda həll olmur.

İŞİN GEDİŞİ: 3-4 damcı ammonium-oksalat məhluluna 4 damcı kalsium - xlorid əlavə olunur. Əmələ gələn çöküntünün xlorid və sirkə turşusunda həll olması yoxlanılır.

3. *Kalium-permanqanat* KMnO₄ turş mühitdə oksalat ionunu karbon -dioksiddə qədər oksidləşdirir. Bu zaman MnO₄⁻ ionu rəngsiz Mn²⁺ ionuna reduksiya olunur və məhlul rəngsizləşir:



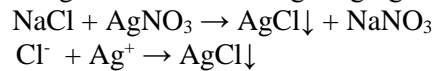
İŞİN GEDİŞİ: 4 damcı ammonium-oksalat məhluluna 5 damcı sulfat turşusu məhlulu əlavə edib 70-80°C-yə qədər qızdırırlar. İsti məhlula damcı-damcı duru kalium-permanqanat məhlulu əlavə edib, məhlulun rəngsizləşməsinə müşahidə edirlər.

II analitik qrup anionlarının səciyyəvi reaksiyaları

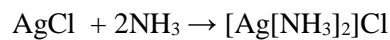
II qrup anionlarına Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} və SCN^- anionları aiddir. Bu anionlar Ag^+ ionu ilə suda çətin həll olan, nitrat turşusunda həll olmayan duzlar əmələ gətirir. Qrup reaktivini nitrat turşusunun iştirakı ilə AgNO_3 -dir. Bu şəraitdə AgNO_3 I qrup anionları ilə çöküntü vermir.

Cl^- – xlorid ionunun təyini reaksiyaları.

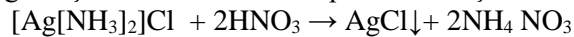
1. *Gümüş-nitrat* AgNO_3 Cl^- ionu ilə ağ rəngli gümüş-xlorid çöküntüsü əmələ gətirir:



Çöküntü nitrat turşusunda həll olmur, ammoniyak məhlulunda isə asan həll olaraq kompleks birləşmə əmələ gətirir:



Diammingümüş – xlorid məhluluna qatı nitrat turşusu əlavə etdikdə çöküntü yenidən ayrılır:

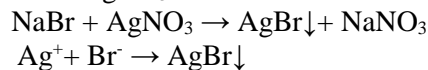


AgCl çöküntüsü natrium-tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) məhlulunda yaxşı həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı natrium-xlorid məhluluna 2 damcı gümüş-nitrat məhlulu əlavə olunur və çöküntü həll olana qədər qatı ammoniyak məhlulu tökülür. Alınan məhlula qatı nitrat turşusu əlavə edərək, yenidən çökmə müşahidə edilir.

Br^- - bromid ionunun təyini reaksiyaları. Br^- ionu bromid turşusunun anionudur. Həll olmalarına və xassələrinə görə bromidlər xloridlərə yaxındır.

1. *Gümüş-nitrat* AgNO_3 Br^- ionu ilə sarımtıl rəngli gümüş-bromid çöküntüsü verir:

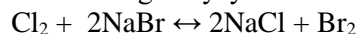


Çöküntü nitrat turşusunda həll olmur, ammoniyak məhlulunda pis, natrium-tiosulfat məhlulunda yaxşı həll olur.



İŞİN GEDİŞİ: 4 damcı natrium-bromid məhluluna 4 damcı gümüş-nitrat məhlulu əlavə edirlər. Çöküntü ilə birgə məhlulu iki hissəyə bölürlər. 1 hissəsinə qatı natrium-tiosulfat məhlulu, digərinə qatı ammoniyak məhlulu əlavə edib, AgBr –in bu reaktivlərdə həll olmasını müqayisə edirlər.

2. *Xlorlu su* bromid məhluluna əlavə edildikdə sərbəst brom ayrılır ki, bu da xloroformda həll olaraq həlledici qatını narıncı rəngə boyayır:

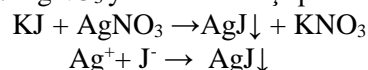


Xlorlu suyun artığında BrCl əmələ gəlməsi nəticəsində rəng itir: Bu reaksiya Br^- ionları üçün səciyyəvidir.

İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı natrium-bromid məhluluna 0,5 ml xloroform əlavə edib çalxalayrlar. Sonra damcı-damcı xlorlu su töküüb, xloroform qatının rənginin dəyişməsinə müşahidə edirlər.

I^- yodid ionunun təyini reaksiyaları. I^- ionu yodid turşusunun anionudur. Bu turşu HCl və HBr kimi qüvvətli turşudur. Yodidlərdən gümüş, cıvə, qurğuşun (II) və mis(I) duzları suda çətin həll olandır.

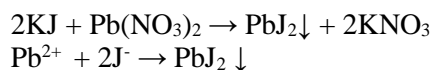
1. *Gümüş-nitrat* AgNO_3 yodidlərdən açıq-sarı rəngli çöküntü –gümüş-yodid AgI ayırır:



Çöküntü nitrat turşusunda və ammoniyak məhlulunda həll olmur, natrium-tiosulfat məhlulunda pis həll olur.

İŞİN GEDİŞİ: 4 damcı kalium-yodid məhluluna bir qədər AgNO_3 məhlulu əlavə edirlər. Əmələ gəlmiş çöküntünün $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -da həll olmasını yoxlayırlar.

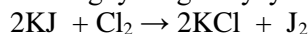
2. *Qurğuşun (II)-nitrat* və ya asetat yodid məhlullarından qurğuşun 2-yodid - sarı rəngli çöküntü ayırır:



Bu çöküntü isti suda həll olur, soyutduqda yenidən qızılı pulcuqlar şəklində ayrılır.

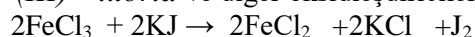
İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı kalium-yodid məhluluna 2-3 damcı qurğuşun 2-nitrat məhlulu əlavə edirlər. Əmələ gələn çöküntüyə 1 ml su, 2-3 damcı sirkə turşusu əlavə edərək, çöküntü həll olana qədər qızdırırlar. Alınan məhlulu soyudaraq qurğuşun 2-yodidin qızılı rəngli kristallarının əmələ gəlməsini müşahidə edirlər.

3. *Xlorlu su* yodid məhlullarından sərbəst yod ayırır ki, bu da karbon disulfid və ya xloroformu qırmızı-bənövşəyi, nişastanı isə göy rəngə boyayır.



İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı kalium-yodid məhluluna 1 damcı duru sulfat turşusu məhlulu tökülərək turş mühit yaradılır, 0,5 ml xloroform əlavə edilir, qarışdırılaraq damcı-damcı xlorlu su tökülür. Xloroform layının rəngi müşahidə edilir. Digər sınaq şüşəsinə 1 damcı KJ, 1 damcı xlorlu su və 2 damcı nişasta məhlulu tökülür. Rəngin dəyişməsi müşahidə edilir.

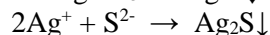
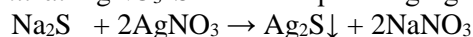
4. *Dəmir (III) – xlorid* və digər oksidləşdiricilər J- ionunu sərbəst yoda qədər oksidləşdirir:



İŞİN GEDİŞİ: filtr kağızı üzərinə ardıcılıqla KJ, HCl və FeCl₃ tökülür, qonur rəngli ləkənin əmələ gəlməsi və 1 damcı nişasta məhlulunun təsiri ilə göyerməsi müşahidə edilir.

S²⁻ - sulfid ionunun reaksiyaları

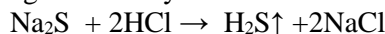
1. *Gümüş-nitrat* AgNO₃ S²⁻ ionu ilə qara rəngli gümüş –sulfid çöküntüsü əmələ gətirir:



Ag₂S duru nitrat turşusunda həll olmur, lakin qaynatdıqda həll olur. Ammonyak məhlulunda həll olmur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı Na₂S və 2 damcı AgNO₃ məhlulu tökərək çöküntünün ayrılması müşahidə edilir.

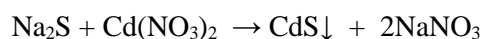
2. *Xlorid turşusunu* Na₂S məhluluna əlavə etdikdə hidrogen-sulfid ayrılır. Ayrılan hidrogen-sulfid lax yumurta qoxusuna görə asan təyin olunur:



Qurğuşun 2-asetat məhlulu ilə isladılmış filtr kağızı H₂S-in təsiri ilə qaralır.

İŞİN GEDİŞİ: H₂S zəhərli olduğu üçün reaksiya sorucu şkafda aparılır. Sınaq şüşəsinə 2 damcı Na₂S və HCl tökülür. Sınaq şüşəsinin ağzına Pb(CH₃COO)₂ məhlulu ilə isladılmış filtr kağızı yaxınlaşdırılaraq onun qaralması müşahidə edilir.

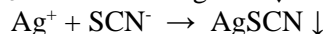
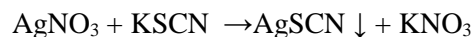
3. *Kadmiumun həll olan duzları* sulfidlərlə parlaq-sarı rəngli çöküntü -kadmium-sulfid (CdS) əmələ gətirir:



İŞİN GEDİŞİ: 3 damcı Na₂S məhluluna 3 damcı kadmium duzu məhlulu əlavə edərək sentrifüqalanır. Sentrafuqat atılır. Çöküntüyə 2-3 damcı CuSO₄ məhlulu əlavə edilir. Parlaq-sarı rəngin qaralması müşahidə edilir.

SCN⁻ rodanid ionunun təyini reaksiyaları. SCN⁻-rodanid (tiosianid) HSCN turşusunun anionudur. Bu qüvvətli turşudur.

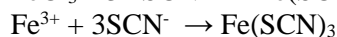
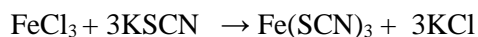
1. *Gümüş-nitrat* AgNO₃ rodanid ionları ilə ağ rəngli (gümüş-rodanid) AgSCN çöküntüsü verir:



Çöküntü ammonyak məhlulunda həll olur, duru nitrat turşusunda həll olmur.

İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı kalium-rodanid məhluluna 2 damcı gümüş-nitrat məhlulu əlavə edilir. Çöküntünün qatı ammonyak məhlulunda həll olması yoxlanılır.

2. Üçvalentli dəmir duzları rodanid ionları ilə qırmızı-qan rəngli dəmir 3- rodanid verir:



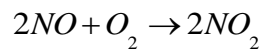
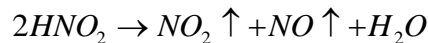
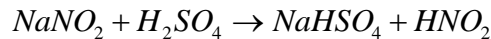
İŞİN GEDİŞİ: Saat şüşəsinə 2 damcı kalium-rodanid və 1 damcı dəmir 3-xlorid məhlulu tökülür. Rəngin dəyişməsi müşahidə edilir.

III analitik qrup anionların səciyyəvi reaksiyaları

III analitik qrup anionlarına nitrit NO_2^- , nitrat NO_3^- və asetat CH_3COO^- ionları daxildir. Bu anionların gümüş və barium duzları suda həll olur. Bu qrupun qrup reaktivi yoxdur.

NO_2^- - **nitrit ionunun təyini reaksiyaları.** NO_2^- ionu nitrit turşusunun anionudur. Nitrit turşusu davamsız və zəif turşudur. Nitritlər turşu ilə müqayisədə davamlıdır, suda həll olur. Gümüş-nitrit soyuq suda pis, qızdırdıqda isə yaxşı həll olur.

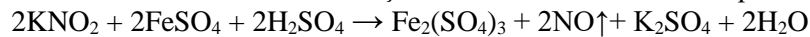
1. *Duru sulfat turşusu* nitritləri soyuqda qonur rəngli azot – dioksidə parçalayır:



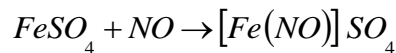
İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı natrium – nitrit NaNO_2 məhluluna 2 damcı duru sulfat turşusu əlavə edilir.

Ağ kağız fonunda ayrılan qonur rəngli qaz - NO_2 müşahidə edilir.

2. *İkivalentli dəmir duzları* nitritləri turş mühitdə azot - monooksidə qədər reduksiya edir:

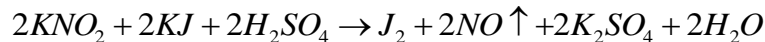


Azot-monooksid FeSO_4 ilə qonur rəngli davamsız kompleks birləşmə əmələ gətirir:



İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2 damcı təzə hazırlanmış qatı FeSO_4 məhlulu töküüb, üzərinə 1 damcı duru H_2SO_4 əlavə edərək turş mühit yaradılır. Sonra ehtiyatla sınaq şüşəsinin divarı ilə nitrit elə süzülür ki, məhlul qarışmasın. Məhlulların görüşdüyü yerdə tünd – qonur rəng əmələ gəlir.

3. *Kalium – yodid KJ* turş mühitdə nitritlər ilə sərbəst yoda qədər oksidləşir:



İŞİN GEDİŞİ: 2 damcı kalium – yodid məhluluna 1 damcı duru sulfat turşusu, 2 damcı kalium-nitrit məhlulu və 0,5 ml xloroform əlavə edilir. Qarışdıraraq, xloroform layında rəngin əmələ gəlməsi müşahidə edilir.

4. *Kalium–permanqanat* KMnO_4 məhlulu sulfat turşusu mühitində 50°C – 60°C -də nitritləri nitratlara qədər oksidləşdirir:

$5\text{NaNO}_2 + 2\text{KMnO}_4 + 3\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 5\text{NaNO}_3 + 2\text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 3\text{H}_2\text{O}$ Reaksiya kalium–permanqanatın rəngsizləşməsi ilə gedir. Bu reaksiya vasitəsilə nitritləri nitratlardan fərqləndirmək olar.

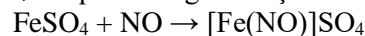
İŞİN GEDİŞİ: 2–3 damcı nitrit məhluluna 1–2 damcı 10%-li sulfat turşusu və 1 damcı 0,05 N KMnO_4 məhlulu əlavə edilərək su hamamında qızdırılır və məhlulun rəngsizləşməsi müşahidə edilir.

NO_3^- – **nitrat ionunun təyini reaksiyaları.**

1. *Dəmir 2–sulfat* FeSO_4 nitrat turşusu və ya duzları ilə oksidləşərək azot – monooksid NO əmələ gətirir. Reaksiya qatı H_2SO_4 -ün iştirakı ilə gedir:



Azot -monooksid FeSO_4 ilə qonur rəngli birləşmə əmələ gətirir:



NO_2^- ionu ilə də eyni birləşmə əmələ gəlməsinə baxmayaraq, reaksiyanın gedişinə əsasən bu ionları ayırmaq olur. Məhlulda nitrit və ya nitrat ionlarından hansı olduğu məlum deyilsə, onda reaksiyanı əvvəlcə duru H_2SO_4 ilə aparılır. Əmələ gələn qonur rəngli birləşmə NO_2^- ionunun varlığını göstərir. Belə

olmadığı halda reaksiya qatı H_2SO_4 ilə təkrar edilir. Əmələ gələn qonur rəngli həlqə NO_3^- – ionunun olduğunu göstərir.

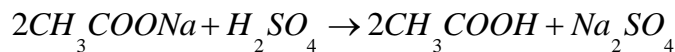
İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 2–3 damcı su və 2–3 quru $FeSO_4$ dənəcikləri yerləşdirilir. 2 damcı $NaNO_3$ məhlulu əlavə edərək sınaq şüşəsi su ilə soyudulur. Ehtiyatla sınaq şüşəsinin divarı ilə 2–3 damcı qatı sulfat turşusu damızdırılır. Məhlulların təmas yerində qonur rəngli həlqə əmələ gəlir.

2. *Difenilamin* $(C_6H_5)_2NH$ turş mühitdə nitrat turşusu ilə oksidləşərək, intensiv göy rəngli məhlul əmələ gətirir. NO_2^- , CrO_4^{2-} və digər oksidləşdiricilər də bu reaksiyanı verir.

İŞİN GEDİŞİ: yaxşı yuyulmuş və qurudulmuş saat şüşəsi üzərinə 3–4 damcı difenilamin, qatı sulfat turşusu və 1 damcı natrium-nitrat məhlulu tökülür. Qarıxdırdıqda intensiv göy rəng müşahidə olunur.

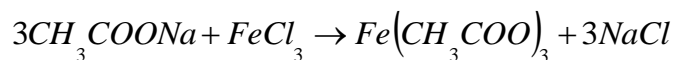
CH_3COO^- –asetat ionunun təyini reaksiyaları.

1. *Sulfat turşusu* H_2SO_4 sirkə turşusunu duzlarından sıxışdırıb çıxardıqda (əsasən qızdırdıqda) onu xarakterik iynə görə təyin etmək olar:

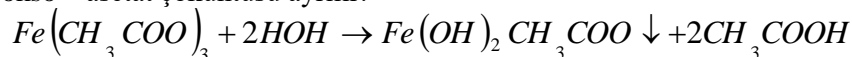


İŞİN GEDİŞİ: Sınaq şüşəsinə 6–8 damcı natrium–asetat məhlulu və 6 damcı sulfat turşusu məhlulu tökərək zəif qızdırılır.

2. *Dəmir 3–xlorid* $FeCl_3$ asetat ionu ilə qırmızı – qonur rəngli dəmir 3–asetat əmələ gətirir:

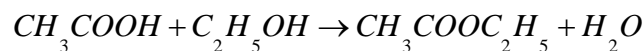


Su ilə durulaşdıraraq qızdırdıqda alınan duzun hidrolizi nəticəsində qırmızı – qonur rəngli dəmir 3-dihidroks –asetat çöküntüsü ayrılır:



İŞİN GEDİŞİ: 8 damcı natrium–asetat məhluluna 3–4 damcı dəmir 3–xlorid məhlulu və 1 damcı isti su əlavə edilir. Məhlulu soyutduqda qırmızı – qonur rəngli çöküntünün alınması müşahidə edilir.

3. *Etil spirti* sirkə turşusu və onun duzları ilə qatı sulfat turşusunun iştirakında xarakterik iyli etilasetat efiri əmələ gətirir:



Analoji reaksiya amil spirti ilə də gedir.

İŞİN GEDİŞİ: 8–10 damcı natrium–asetat məhluluna 8 damcı sulfat turşusu məhlulu və etil spirti əlavə edib su hamamında qızdırdıqdan sonra, içərisində soyuq su olan stəkana boşaldılır. Etilasetat efinin xoş iyi hiss olunur.

Anionların sistemli analizi

Tədqiq olunan məhlulda SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , $Cr_2O_7^{2-}$, $C_2O_4^{2-}$, Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , SCN^- , NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^- ionları ola bilər. Bu anionların əksəriyyəti bir – birinin təyininə mane olmadığı üçün onların ayrılmasına ehtiyac olmur. Anionların təyini tədqiq olunan məhlulu hissələrə bölməklə fərdi aparılır.

Anionların tədqiqi zamanı onların kalium, natrium və ammonium duzları məhlullarından istifadə olunur. Belə ki, II, III və IV analitik qrup kationlarının duzlarının əksəriyyəti suda çətin həll olur.

SINAQ TƏCRÜBƏLƏRİ

1. **Xarici əlamətinə əsasən.** Əgər məhlul rəngsizdirsə, deməli onda CrO_4^{2-} və $Cr_2O_7^{2-}$ ionları yoxdur. Sarı və ya narıncı rəng bu ionların varlığını göstərir.

2. **Məhlulun mühitinin təyini.** Məhlulun pH-ı götürülmüş nümunədə universal lakmus kağızı vasitəsilə təyin edilir. $pH \leq 2$ olduqda, məhlulda SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, CO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- ionları yoxdur. pH-ın böyük qiymətlərində bu anionlar mövcud ola bilər. Qələvi mühitdə anionların hamısının olması mümkündür.

3. **I analitik qrup anionlarının təyini üçün sınaq.** pH-ı 7-9 olan 2 damcı tədqiq olunan məhlulda 2 damcı BaCl₂ məhlulu əlavə edilir. Ağ çöküntünün əmələ gəlməsi bir və ya bir neçə I qrup anionunun olduğunu göstərir.

4. **II analitik qrup anionlarının təyini üçün sınaq.** 2 damcı tədqiq olunan məhlulda 2N nitrat turşusu ilə turş mühit yaradaraq, üzərinə 3–4 damcı gümüş-nitrat məhlulu əlavə edilir. Əmələ gələn çöküntü II analitik qrup anionlarının mövcudluğunu göstərir.

5. **Reduksiyaedici anionların təyini üçün sınaq.** 5 damcı tədqiq olunan məhlulda 2N H₂SO₄ məhlulu tökərək turş mühit yaradılır. 0,1N KMnO₄ (və ya yod) məhlulunu damcı – damcı əlavə edib, hər damcıdan sonra sınaq şüşəsini çalxalayirlar. Məhlulun rəngsizləşməsi bir və ya bir neçə reduksiyaedici anionun SO₃²⁻, S₂O₃²⁻, S²⁻ mövcudluğunu göstərir.

6. **Oksidləşdirici anionların təyini üçün sınaq.** 3 damcı tədqiq olunan məhlulda 1–2 damcı 2N H₂SO₄ ilə turş mühit yaradılır. 4–5 damcı xloroform və 1 damcı KJ məhlulu əlavə edilir, çalxalanır. Xloroform layının moruğu – bənövşəyi rəngə boyanması NO₂⁻ və ya CrO₄²⁻, Cr₂O₇²⁻ ionlarının mövcudluğunu göstərir.

Məhlulda eyni vaxtda qüvvətli reduksiyaedici və oksidləşdirici (məsələn, NO₂⁻ və J⁻, Cr₂O₇²⁻ və J⁻) mövcud ola bilməz.

7. **Uçucu turşuların anionlarının təyini üçün sınaq.** Tədqiq olunan məhluldan 6 damcı götürüb 1–2 damcı 2N H₂SO₄ ilə turş mühit yaradılır. Ayrılan qabarcıqlar məhlulda CO₃²⁻ ionunun mövcudluğunu göstərir. Məhlul zəif qızdırılır. Yanan kükürd iyi verən qazın ayrılması SO₃²⁻ anionunun mövcudluğunu göstərir.

Kükürd ayrılaraq məhlulu bulandırır və SO₂-nin spesifik iyi hiss olunursa, deməli, məhlulda S₂O₃²⁻ ionları var. Lax yumurta iyi verən qazın ayrılması məhlulda sulfid ionunun S²⁻ olduğunu göstərir. Ayrılan kəskin iyli qonur qaz nitrit ionunun NO₂⁻ varlığını göstərir.

Sirkə turşusunun xarakterik iyi məhlulda asetat ionunun CH₃COO⁻ olduğunu göstərir.

Sınaq təcrübələrinə əsasən məhlulda ehtimal olunan və olunmayan anionlar haqqında fikir yürütmək olar. Bu analizi sadələşdirir. Bundan sonra anionların sistematik analizinə başlamaq olar.

I qrup anionlarının təyini

SO₄²⁻ anionunun təyini. 2 damcı tədqiq olunan məhlulda 1–2 damcı BaCl₂ məhlulu əlavə edilir. Əmələ gələn çöküntünü 2N HCl və ya 2N HNO₃ -də həll olması yoxlanılır. Əgər çöküntü turşunun artdığında həll olursa, deməli məhlulda SO₄²⁻ anionu vardır.

SO₃²⁻, S₂O₃²⁻, S²⁻ anionlarının təyini. S²⁻ ionu II qrupa aid olduğuna baxmayaraq, o SO₃²⁻ və S₂O₃²⁻ ionları ilə birlikdə təyin edilir.

a) SO₃²⁻ ionunun təyini və ayrılması.

Sentrifuqanın sınaq şüşəsinə 20 damcı tədqiq olunan məhluldan töküüb üzərinə tam çökməyə qədər SrCl₂ və ya Sr(NO₃)₂ məhlulu əlavə edilir. Sınaq şüşəsinə 10–15 dəqiqə saxlayaraq sentrifuqalayirlar. Sentrifuqatı ayıraraq, çöküntünü 3–4 dəfə distillə suyu ilə yuyurlar.

Çöküntüdə SrSO₃, SrSO₄ kimi stronsiumun çətin həll olan duzları ola bilər. Yuyulmuş çöküntünü duru xlorid turşusu ilə işləyirlər. Əmələ gələn məhlulda damcı – damcı yodlu su əlavə edirlər. Yodlu suyun rəngsizləşməsi SO₃²⁻ ionunun varlığını göstərir.

b) S²⁻ ionunun təyini və ayrılması.

Stronsium duzları ayrıldıqdan sonra sentrifuqata (neytral və ya zəif qələvi mühitdə) kadmium duzu məhlulu əlavə edirlər. Sarı rəngli çöküntünün əmələ gəlməsi S²⁻ ionunun varlığını göstərir.

Tam çökməyə nail olduqdan sonra, məhlulu sentrifuqalayirlar. Sentiafuqatı ayıraraq çöküntünü yuyurlar. Çöküntüyə 1–2 damcı CuSO₄ məhlulu əlavə edirlər. Çöküntünün qaralması sulfat ionunun mövcudluğunu göstərir.

c) **S₂O₃²⁻ ionunun təyini.** Çöküntüdə ayrılan sentrifuqatda SO₃²⁻ ionları və onlara mane olmayan digər anionlar mövcuddur. 3 damcı sentrifuqata 4–5 damcı AgNO₃ əlavə edirlər. Əmələ gələn ağ rəngli çöküntünün saralması, qonurlaşaraq qaralması S₂O₃²⁻ ionlarının varlığını göstərir.

CO₃²⁻ anionunun təyini. CO₃²⁻ ionunun təyiniyə SO₃²⁻ və S₂O₃²⁻ ionları mane olur. Buna görə də onlar sınaq məhlulunda təyin olunmuşdursa, onları kənar etmək lazımdır. Bu ionları oksidləşdirərək kənar edirlər. Sınaq şüşəsinə 5–6 damcı tədqiq olunan məhluldan töküüb 10–12 damcı 3 %-li H₂O₂ əlavə edərək su hamamında qızdırirlar.

Qazları təyin edən cihaza alınan məhlulu töküb 10 damcı 2N HCl məhlulu əlavə edirlər. CO₂-nin ayrılmasını qatı Ca(OH)₂ və ya Ba(OH)₂ məhlulunun bulanmasına əsasən təyin edirlər.

CrO₄²⁻, Cr₂O₇²⁻ anionlarının təyini. Məhlulun sarı və ya narıncı rəngdə olması bu ionların mövcudluğunu göstərir.

5 damcı H₂O₂ –in üzərinə 3 damcı H₂SO₄, 8 damcı efir və 2-3 damcı tədqiq olunan məhlul əlavə edib çalxalayirlar. Efir layının intensiv göy rəngə boyanması naxrom turşusunun varlığını göstərir.

PO₄³⁻ anionunun təyini. PO₄³⁻ ionunu ammonium-molibdat məhlulu ilə təyin etməzdən əvvəl SO₃²⁻, S₂O₃²⁻, və S²⁻ ionlarını kənar etmək lazımdır. Bunun üçün 2 damcı tədqiq olunan məhlula 1 damcı HNO₃ (1:1) məhlulu əlavə edib, 5-7 dəqiqə qaynayan su hamamında qızdırirlar. Alınan məhlula 10 damcı ammonium-molibdat məhlulu əlavə edirlər. Sarı rəngli çöküntünün əmələ gəlməsi PO₄³⁻ ionlarının varlığını göstərir. Maqnezial qarışıqla yoxlama reaksiyası aparmaq olar .

C₂O₄²⁻ anionunun təyini. 4 damcı tədqiq olunan məhlula turş mühit alınana qədər 2N H₂SO₄ məhlulu əlavə edərək lakmus kağızı ilə yoxlayirlar. Sonra 3–4 damcı turşudan əlavə edirlər. Sınaq şüşəsində məhluldan bir qədər götürüb su hamamında 5 dəqiqə qızdırirlar. Soyudaraq damcı–damcı 0,1N KMnO₄ məhlulu əlavə edirlər, məhlul rəngsizləşir. Rəng itmədikdə yenə 1 damcı KMnO₄ məhlulu əlavə edərək məhlulu qızdırirlar. Bu zaman rəngin itməsi C₂O₄²⁻ ionlarının mövcudluğunu göstərir.

II qrup anionlarının təyini

Br⁻ və J⁻ ionlarının təyini eyni vaxtda aparılır. Lakin təyinatın üsulu məhlulda reduksiyaedici ionların varlığından asılıdır.

a) *Reduksiyaedicilər olmadıqda:* sınaq şüşəsinə tədqiq olunan məhluldan 4 damcı töküb, üzərinə 1 damcı 2N H₂SO₄ məhlulu, 0,5 ml xloroform və damcı–damcı xlorlu su əlavə edirlər. Hər damcıdan sonra sınaq şüşəsinə çalxalayirlar. Əvvəlcə xloroform layında əmələ gələn moruğu rəng J⁻ ionlarının varlığını göstərir. Yenə əlavə olunan xlorlu su sarı rəng verirə, məhlulda Br⁻ ionları vardır.

b) *Reduksiyaedicilər olduqda:* Br⁻ və J⁻ ionlarının xlorlu su ilə təyini zamanı məhluldakı SO₃²⁻, S₂O₃²⁻ və S²⁻ ionları bu təyinata mane olur. Buna görə onları kənar etmək lazımdır. Bunun üçün 8-10 damcı tədqiq olunan məhlula 2N H₂SO₄ məhlulu əlavə edib qaynayan su hamamında 10 dəqiqə qızdırirlar. Kənarlaşmanın tam olmasını yoxlamaq üçün sınaq şüşəsinə 2 damcı məhlul tökərək üzərinə 1 damcı yod məhlulu əlavə edirlər. Əgər yod məhlulu rəngsizləşirsə, qızdırmanı davam etdirirlər. O vaxta qədər qızdırmaq lazımdır ki, ayrıca götürülmüş nümunədə yodun rəngsizləşməsi dayansın. Sonra məhlulu soyudaraq Br⁻ və J⁻ ionlarını təyin edirlər.

Cl⁻ anionunun təyini. Bu ionun təyini metodu məhlulda bromid və yodid ionlarının varlığından asılıdır.

a) *Br⁻ və J⁻ ionları olmadıqda:* 2 damcı tədqiq olunan məhlula 2 damcı HNO₃ və 1-2 damcı AgNO₃ məhlulu əlavə edirlər. Ağ rəngli çöküntünün əmələ gəlməsini müşahidə edirlər. Çöküntüyə tam həll olana qədər qatı ammoniyak məhlulu əlavə edirlər. Əmələ gələn [Ag(NH₃)₂]Cl məhluluna damcı–damcı qatı HNO₃ məhlulunun artığını əlavə edirlər. Ağ çöküntünün ayrılması xlorid ionlarının varlığını göstərir.

b) *Br⁻ və J⁻ ionları olduqda:* təyinat gümüş–xlorid, gümüş– bromid və gümüş–yodid məhlullarının ammonium–karbonatda müxtəlif həllolmasına əsaslanır. Göstərilən halogenidlərdən yalnız AgCl ammonium–karbonatda kompleks əmələ gətirməklə həll olur. Bu da Cl⁻ ionlarının digər halogenidlərdən ayrılmasına imkan yaradır.

Sınaq şüşəsinə 3 damcı tədqiq olunan məhlul, 1-2 damcı nitrat turşusu töküb, damcı–damcı qatı gümüş – nitrat məhlulu əlavə edirlər.

Halogenid ionlar tam çökdükdə məhlulu sentrifugalayirlar. Sentrifuqatı atirlar. Çöküntünü məhluldan gümüş ionları olmayana qədər 3-4 dəfə isti su ilə yuyurlar. Sonra çöküntüyə 5-6 damcı 20%-li ammonium–karbonat məhlulu əlavə edib şüşə çubuqla qarışdırır və sentrifugalayirlar. Şəffaf sentrifuqata qatı HNO₃ əlavə edirlər. Məhlulun bulanması və ya ağ çöküntünün əmələ gəlməsi xlorid ionunun varlığını göstərir.

SCN⁻ anionunun təyini. 1 damcı tədqiq olunan məhlula 1 damcı dəmir 3–xlorid əlavə edirlər. SCN⁻ ionları mövcud olduqda dəmir 3–rodanidin əmələ gəlməsi nəticəsində qırmızı rəngli məhlul yaranır.

III qrup anionlarının təyini

NO_2^- anionunun təyini. Nitrit anionunu sınaq təcrübələrində tədqiq olunan məhlula sulfat turşusu ilə təsir etdikdə ayrılan kəskin iyli qonur rəngli qazın ayrılması ilə təyin edirlər. Bununla belə, yoxlama təcrübələrinin aparılması vacibdir.

1. NO_2^- anionu tədqiq olunan məhlula 1 damcı qatı sulfat turşusu və 1 damcı antipirin əlavə etdikdə yaşıl – zümrüdü rəngin əmələ gəlməsinə əsasən təyin olunur.

2. 1-2 damcı tədqiq olunan məhlula 1 damcı H_2SO_4 və etakridin məhlulu əlavə etdikdə əmələ gələn tünd qırmızı rəng nitrit ionlarının varlığını göstərir.

NO_3^- anionunun təyini. Məhlulda NO_2^- ionu olmadıqda NO_3^- ionu difenilamin və ya dəmir 2 – sulfat vasitəsilə təyin olunur.

Məhlulda NO_2^- ionu mövcud olduqda onu kənar etmək lazımdır. Bunun üçün məhlulu bərk ammonium–xlorid və ya ammonium–sulfat ilə azot qabarcıqlarının ayrılması kəsilənə qədər qaynadırlar. Sonra NO_3^- -ü yuxarıdakı üsulla təyin edirlər.

CH_3COO^- anionunun təyini. Bu ionu da sınaq təcrübələrində təyin edirlər. Anionu etil-sirkə efirinin alınması və ya $FeCl_3$ vasitəsilə təyin etmək olar.

Asetat ionunun $FeCl_3$ ilə təyininə CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , S^{2-} , SO_3^{2-} mane olur. Onları kənar etmək üçün 5 damcı tədqiq olunan məhlula damcı –damcı barium–xlorid məhlulu əlavə edib, tam çökməyə nail olurlar. Sentrifuqalayıb şəffaf sentrifuqatın mühitini təyin edib (neytral və ya zəif – əsasi mühit) $FeCl_3$ ilə reaksiyasını aparırlar. Bu zaman J^- ionu təyin olunmuşsa, onu $AgNO_3$ -in təsiri ilə məhluldan kənar edirlər.

Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

9 Fərdi götürülmüş maddənin analizi

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- HCl, HNO₃, 2N H₂SO₄
- NaOH, NH₄OH
- MgCl₂, CaCl₂, BaCl₂
- Na₂B₄O₇, Na₂SO₃, Na₂CO₃, Na₂S₂O₃, Na₂[Fe(CN)₅NO]
- AgNO₃, Pb(NO₃)₂
- (NH₄)₂MoO₄, (NH₄)₂C₂O₄
- KMnO₄, K₂CrO₄, K₂Cr₂O₇, K₄[Fe(CN)₆]
- J₂ məhlulu, H₂O₂
- CH₃COONa
- sınaq şüşələri
- sentrifuqa
- qaz lampası

Analiz üçün suda həll olan, bir kationdan və bir aniondan ibarət duz götürülür. Verilmiş 0,5 q duz 10 ml distillə suyunda həll edilir.

Kationun təyini

Kationun qrupunun təyini. Ən əvvəl kationun hansı analitik qrupa aid olduğu müəyyən olunmalıdır. Buna görə aşağıdakı sınaq təcrübələri aparılır:

1. 2-3 damcı tədqiq olunan məhlulə 3-4 damcı HCl məhlulu əlavə olunur. Çöküntünün ayrılması kationun II qrupa aid olmasını göstərir.

2. 2-3 damcı tədqiq olunan məhlulə 5 damcı etil spirti və 3 damcı 2N H₂SO₄ məhlulu əlavə edilir. Çöküntünün əmələ gəlməsi kationun III analitik qrupa aid olmasını göstərir.

3. 2-3 damcı tədqiq olunan məhlulə 2 damcı NaOH məhlulu əlavə olunur, qarışdırılır, əmələ gələn çöküntünün həll olması müşahidə olunursa, kation IV analitik qrupa aiddir.

Çöküntü qələvinin artığında həll olursa, onda əlavə sınaq təcrübəsi aparılır: 4 damcı tədqiq olunan məhlulə 3-4 damcı qatı ammoniyak məhlulu əlavə olunur. Əmələ gələn çöküntü dərhal həll olarsa, kation IV qrupa, həll olmazsa V qrupa aiddir.

Əgər tədqiq olunan məhlul heç bir qrup reaktivini ilə çöküntü əmələ gətirmirsə, onda kation I qrupa aiddir.

Kationun təyini. Qrupu müəyyənləşdikdən sonra, duzun tərkibinə hansı kationun daxil olduğu təyin edilir. Bu halda sisteməlik analiz aparmağa ehtiyac yoxdur, çünki duzun tərkibində bir kation var. Bu və ya digər kationun olması fərdi reaksiyalar vasitəsilə müəyyən edilir.

Səhv etməmək üçün kation I və III qrupa aiddirsə, təyinatın ardıcıl aparılması unudulmamalıdır. Ardıcılığa riayət edilməzsə, bir kation başqası ilə səhv salına bilər. Əgər kation digər qruplara aiddirsə, ardıcılıq istənilən kimi ola bilər. Qələvinin təsiri ilə çöküntü əmələ gəlsə, rənginə görə kationu təyin etmək olar. Hər bir kationun təyinatı üçün spesifik reaksiyalar tətbiq edilir.

Anionun təyini

A. Kation ağır metalın ionu deyildirsə (yəni Mg^{2+} və ya I, III analitik qruplarına aiddirsə), anionun təyini məhlulu əvvəlcədən işləmədən aparmaq olar.

Əvvəl anionun qrupunu müəyyən etmək lazımdır. Bunun üçün aşağıdakı təcrübələri aparmaq lazımdır.

Sınaq şüşəsinə 2 damcı tədqiq olunan məhlul və 2 damcı $BaCl_2$ məhlulu əlavə edilir. Çöküntünün əmələ gəlməsi anionun I qrupa aid olduğunu göstərir.

Əgər $BaCl_2$ çöküntü əmələ gətirməzsə, onda təyinat II qrup aniona görə aparılır. Bunun üçün 2 damcı tədqiq olunan məhlulu 2 damcı duru HNO_3 məhlulu ilə turşulaşdırır və 1-2 damcı $AgNO_3$ əlavə edirlər. Çöküntünün ayrılması anionun II qrupa aid olduğunu göstərir. Əgər həm $BaCl_2$, həm də $AgNO_3$ məhlulu ilə çöküntü ayrılmazsa, onda təyin olunan anion III qrupa aiddir.

Analitik qrupu müəyyən etdikdən sonra duzun tərkibinə hansı anionun daxil olduğu müəyyənləşdirilir. Bu məqsədlə, qrup anionlarına yoxlama reaksiyaları aparılır. Səhvlərə yol verməmək üçün barium və gümüş duzlarının çöküntülərinin turşularda və digər reaktivlərdə həll olmasına fikir vermək lazımdır.

Anionu təyin etmək üçün reaksiya aparmaqla kifayətlənmək olmaz. Əlavə olaraq heç olmazsa, aniona daha bir spesifik reaksiya aparmaq lazımdır.

B. Kation ağır metalların ionu olarsa, bu halda anionu təyin etməmişdən əvvəl kationu kənar etmək lazımdır, çünki o sonrakı təyinatlara mane olacaq. Kənarlaşdırma Na_2CO_3 köməyi ilə aparılır.

Anionların təyinatı 2 ml məhlula Na_2CO_3 məhlulu çöküntü tam ayrılana qədər aparılır. Qarışıq su hamamında 5-7 dəqiqə müddətində qızdırılır, tam çökmə yoxlanılır və sentrifüqalanır. Şəffaf məhlul ayrılaraq 2 bərabər olmayan yerə bölünür. Çöküntü atılır. Filtratın çox hissəsini duru nitrat turşusu, digər az hissəsini (NO_2^- və NO_3^- ionlarının təyini üçün) sirkə turşusu ilə neytrallaşdırırlar. Bunun üçün turşunu məhlula damcı-damcı qarışdıraraq əlavə edirlər. Hər damcıdan sonra məhlulu lakmus kağızı ilə yoxlayırlar, kağız zəif, lakin aydın şəkildə qırmızı rəngə boyanmalıdır. Məhlulu CO_2 tam kənar edilənə qədər su hamamında qızdırırlar. Neytrallaşmadan sonra alınan məhlulda anionu təyin edirlər. Əvvəlcə nitrat turşusu ilə neytrallaşdırılmış məhlulda anionların təyini aparılır. Bunun üçün $BaCl_2$ ilə sınaq təcrübəsi aparılır. Əgər nəticə müsbətdirsə, anion I qrupa aiddir. Bu halda ağır metalların kationlarının bu anionlarla əmələ gətirdiyi duzların pis həll olmasını nəzərə almaq lazımdır. Buna görə bu və ya digər anionun varlığını təyin etmək üçün, onun mövcud olan kationla duzunun həllolən duz olduğuna əmin olmaq lazımdır. $BaCl_2$ ilə mənfi nəticə alındıqda gümüş – nitrat ilə sınaq təcrübəsi aparılır. Çöküntünün əmələ gəlməsi II qrup anionlarının varlığını göstərir. Əgər nə $BaCl_2$, nə də $AgNO_3$ ilə çöküntü alınmırsa, onda təyin olunacaq anionun III qrupa aid olduğunu ehtimal etmək olar. Bu halda asetat ionu təyinatını nitrat turşusu ilə neytrallaşdırılmış məhlulda aparılır. NO_2^- və NO_3^- ionlarını təyin etmək üçün isə digər məhlulu, yəni sirkə turşusu ilə neytrallaşdırılmış məhlulu tədqiq edirlər.

Bir neçə duz qarışığının analizi

Tədqiq olunan nümunənin tərkibində Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Ag^+ , Pb^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , CrO_4^{2-} , $C_2O_4^{2-}$, Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^- ionları ola bilər. Əvvəlcə qarışığı vizual nəzərdən keçirirlər. Rənginə, eynicinsli olub – olmamasına görə nümunədə olan duzların ehtimal olunan sayını təyin edirlər. Sonra qarışığı üç hissəyə bölürlər. Bir hissədə anionları, ikincidə kationları təyin edirlər, üçüncü hissədən isə əlavə yoxlamalar aparmaq üçün istifadə olunur.

Analizi kationları təyin etməklə başlayırlar. Belə ki, bir sıra kationların mövcudluğu bəzi anionların yoxluğunu göstərir. Məsələn, məhlulda Ba^{2+} kationu varsa, bu SO_4^{2-} ionunun yoxluğunu göstərir. Məhlulda Mn^{2+} ionu ilə yanaşı SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , CrO_4^{2-} , $Cr_2O_7^{2-}$, S^{2-} ionları mövcud ola bilməz.

Qarışıqın bir hissəsini 3 ml distillə suyunda həll edib kationların analizini aparırlar. Digər hissəsini eyni miqdar suda həll edib anionları analiz edirlər. Məhlulda hansı anionların olma ehtimalını nəzərə alırlar.

Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

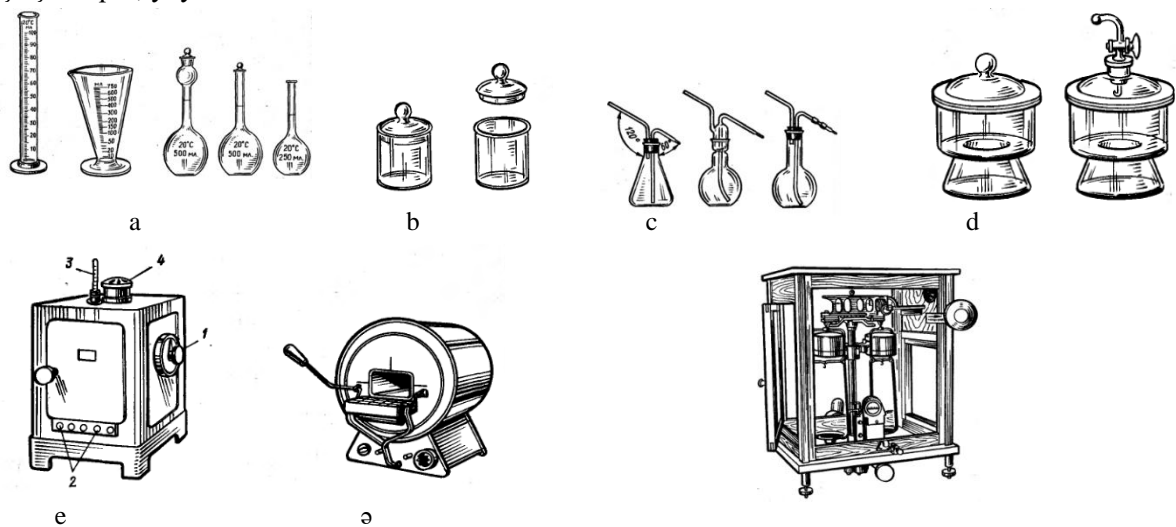
İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

10 | MİQDARİ ANALİZ VƏ ONUN METODLARI

Cihaz və avadanlıqlar

Qravimetrik analizin çökmə üsulu ilə yerinə yetirilməsi zamanı lazım olan kimyəvi avadanlıq aşağıdakılardır: şüşə bükslər, çini butalar, nazik divarlı kimyəvi stəkan və kolbalar, saat şüşələri, qıflar, şüşə çubuqlar, yuyucular.



Şəkil 1. a – ölçü silindri, menzurka, ölçü kolbaları;
b - bükslər; c – yuyucular; d – eksikatorlar;
e – quruducu ş kaf; ə - mufel sobası

Şəkil 2. Analitik tərəzi.

Kimyəvi stəkan və kolbalar. Kimyəvi analiz üçün tez qızdırmaq və soyutmaq məqsədilə nazikdivarlı qablar hazırlanır. Stəkan və kolbaları qızdırmaq üçün açıq alovdan istifadə etmək olmaz. Stəkan və kolbalar müxtəlif tutumlu olur. Adətən, qravimetrik analizdə maddələrin analizi və çökdürülməsi üçün 100, 200 və ya 400 ml tutumlu stəkanlardan istifadə olunur. Saat şüşələri dənəvəri maddələrin çəkisinin təyini üçündür. Böyük saat şüşələri ilə stəkan və kolbaların ağızını örtürlər.

Qıflar çöküntülərin filtrlənməsində və yuyulmasında istifadə olunur. Makroanalizdə əsasən 7-9 sm diametrlı qıflar işlədilir. Yuyucular çöküntünü stəkanın divarlarından, filtrlərdən, saat şüşələrindən, bükstdən yuyur. Şüşə çubuqlar mayelərin qarışdırılmasında, filtrləmə zamanı mayelərin köçürülməsində işlədilir. Rezin başlıqlı şüşə çubuqlar stəkanın divarından çöküntü hissəciklərinin yığılmaması məqsədilə daha rahatdır. Bükslər (şəkil 1.b) kiçik stəkanşəkilli, şüşə qapağı olan kiçik qablardır. Bərk və maye maddələr onlarda çəkilir.

Çini butalarda çöküntülər közərdilir. 25 ml-lik diametri və 35 ml hündürlüyü olan butalardan istifadə daha əlverişlidir. Yeni butaları közərtəndə onların çəkisi azalır. Buna görə butaları istifadədən əvvəl mufel sobalarda çəkisi sabitləşənə qədər közərdirlər. Butalardakı qeydləri onun alt hissəsində doymuş dəmir 3-xlorid ($FeCl_3$) vasitəsilə edir və bir neçə dəqiqə közərtməklə möhkəmlədirlər. İşlədilmiş çini butaları durulaşdırılmış (1:1) isti xlorid turşusu ilə təmizləyib, su ilə yuyur və közərdirlər. Çox vaxt çöküntü artıqlarını tam təmizləmək mümkün olmur, çünki onlar çininin örtüyü ilə əriyərək qarışır. Lakin belə butalar sonrakı işlərdə istifadə oluna bilər.

Eksikatorlar (şəkil 1 d) qalın şüşələrdən hazırlanır, şliflənmiş kip örtülən qapağa malikdir. Eksikatorun yuxarı və aşağı hissələri arasında butaların, bükslərin yerləşdirilməsi üçün xüsusi dəşikləri olan çini lövhə qoyulur. Eksikatorun dibində quruducu maddələr - çox vaxt közərdilmiş CaCl_2 , bəzən P_2O_5 və ya qatı sulfat turşusu yerləşdirilir. Eksikatorun toxunulan yerlərinə və qapağına vazelin sürülür. Buta və bükslər közərdildikdən sonra otaq temperaturuna qədər soyudulmaq üçün eksikatora yerləşdirilir və analitik tərəzidə çəkilir. Bundan başqa, eksikatorada atmosferdən nəmi çəkə biləcək çöküntü və maddələr saxlanılır.

Elektrik quruducu şkaflar (şəkil 1. e) qabların, çöküntülərin, analiz nümunələrinin qurudulması üçün istifadə olunur. Onların temperaturu $20-300^\circ\text{C}$ arasında dəyişir. Bu şkaflar xüsusi avtomatik tənzimləyicilərlə təchiz olunmuşdur.

Butada çöküntülərin közərdilməsi üçün mufel sobalarından (şəkil 1 ə) istifadə olunur. Bu sobalarda qızdırıcı elementlər bir qayda olaraq nixrom naqillərdən hazırlanır. Bunların temperaturu 800°C -dən 1200°C -yə qədər ola bilər.

Miqdari analiz və onun metodları

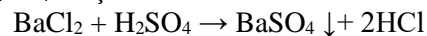
Miqdari analizin vəzifəsi – tədqiq olunan maddənin tərkibinə daxil olan ayrı-ayrı komponentlərin miqdarını təyin etməkdən ibarətdir. Miqdari analiz bir çox sahələrə, o cümlədən, metallurgiya, inşaat materialları, tibb, biokimyə, yeyinti məhsullarının kimyası, farmakologiya və s. tətbiq edilir.

Bütün miqdari analiz metodları kimyəvi, fiziki-kimyəvi və fiziki üsullarla yerinə yetirilir. Kimyəvi metoda qravimetrik, titrimetrik və qaz analizi, fiziki-kimyəvi metoda fotometrik, elektrokimyəvi və xromotoqrafik analiz, fiziki metoda spektral, lyuminisens analiz və s. daxildir. Kimyəvi metodlardan qravimetrik və titrimetrik metodları nəzərdən keçirəcəyik.

Miqdari analiz makro-, mikro- və yarım mikro üsullarla yerinə yetirilir. Makroanalizdə təyin ediləcək bərk nümunə $0,1$ q və daha çox, istifadə olunan məhlul isə on millilitrlə götürülür. Yarım mikroanalizdə nümunə 10 mq-dan 50 mq-a qədər, mikroanalizdə isə 10 mq-dan çox olmayaraq götürülür. Bu metodda istifadə olunan məhlulların həcmi $1/10$ ml-dən bir neçə millilitrə qədər olur. Daha dəqiq nəticə əldə etmək lazım gələn hallarda dəqiq cihazlar və daha həssas tərəzi – mikrotərəzilərdən istifadə olunur.

Miqdari analizin bir neçə metodunu nəzərdən keçirək.

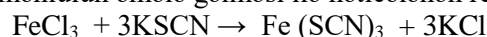
1. **Qravimetrik (çəki) analiz.** Qravimetrik analiz təmiz halda və ya tərkibi məlum birləşmə şəklində ayrılan maddə kütləsinin təyin edilməsinə əsaslanır. Məsələn., Ba^{2+} ionunu təyin etmək üçün onu durulaşdırılmış H_2SO_4 ilə çökdürürlər:



Alınmış BaSO_4 filtrlənir, yuyulur, közərdilir və dəqiq çəkilir. BaSO_4 çöküntüsünün kütləsi və formuluna əsasən nümunədə bariumun miqdarını təyin edirlər. Qravimetrik analiz çox əməliyyatlı və çətin olmasına baxmayaraq dəqiq nəticə verir.

2. **Titrimetrik (həcmi) analiz.** Titrimetrik analiz təyin ediləcək komponentlə reaksiya zamanı sərf olunan reaktivin həcmi dəqiq ölçülməsinə əsaslanır. Reaktiv olaraq qatılığı məlum olan məhlul – titrli məhlul götürülür. Titrlemə zamanı tədqiq ediləcək maddənin ekvivalent miqdarı qədər reaktiv əlavə olunur. Reaksiyaya sərf olunan maddənin həcmi və dəqiq qatılığını bilərək, təyin ediləcək maddənin miqdarı hesablanır. Titrimetrik analiz qravimetrik analiz qədər dəqiq nəticə verməyə də, onun əsas üstünlüyü təyinatın sürətlə yerinə yetirilməsidir. Titrimetrik analizdə əsasən 4 qrup reaksiyalar tətbiq olunur: neytrallaşdırma, çökmə, oksidləşmə-reduksiya və kompleks əmələgəlmə reaksiyaları.

3. **Fotometriya metodları.** Bu metodlar təyin ediləcək məhlulun işıq şüasını udma, keçirmə, səpməsinin ölçülməsinə əsaslanır. Bir çox fotometrik metodlarda rəngli reaksiyalardan, yəni məhlulun rənginin dəyişməsi ilə gedən reaksiyalardan istifadə olunur. Maddənin miqdarının rəngin intensivliyinə görə təyini əsaslanan metod *kolorimetriya* adlanır. Məsələn, dəmirin miqdarını təyin etmək üçün qırmızı rəngli məhlulun əmələ gəlməsi ilə nəticələnən reaksiyadan istifadə olunur:



Məhlulda rəngin intensivliyinin qiymətləndirilməsi vizual və ya cihazlar vasitəsilə həyata keçirilir.

Bəzən təyin ediləcək maddəni az həll olan birləşməyə çevirir və bulantısının intensivliyinə əsasən miqdarı haqqında fikir yürüdürlər. Bu prinsipə əsaslanan metod nefelometriya adlanır. Kolorimetriya və nefelometriya metodlarından analiz olunan maddənin tərkibində təyin ediləcək komponentin miqdarı az olduqda istifadə edirlər. Bu metodun dəqiqliyi qravimetrik və titrimetrik metodları ilə müqayisədə azdır.

4. Elektrokimyəvi metodlar. Bu metodlara elektroqrammetrik, potensiometrik, konduktometrik və polyaroqrafik analiz daxildir.

Elektroqrammetrik metod metalları təyin etmək üçün tətbiq olunur. Kütləsi məlum elektrodda təyin olunacaq maddəni elektroliz vasitəsilə çökdürürlər.

Potensiometriya və konduktometriya elektrotitrlemə metodlarına aiddir. Təyin edilən məhlulda, titrləmənin sona çatması məhlulun elektrikkeçirmə qabiliyyətinin və ya tədqiq olunan məhlulda yerləşdirilmiş elektrodun potensialının ölçülməsi ilə müəyyən edilir. Məhlulun eyni zamanda pH-ni təyin etmək üçün potensiometrik metod tətbiq edilir. Təyinat sistemin hidrogen ionunun qatılığından asılı olan elektrik hərəkət qüvvəsinin ölçülməsinə əsaslanır.

Polyaroqrafik metodda təyin olunan ionun miqdarı haqqında tədqiq olunan məhlulun polyaroqraf adlanan damcı civə katodlu xüsusi cihazda elektrolizindən alınan volt-ampere əyrisinin (polyaroqram) xarakterinə əsasən mülahizə yürüdürlər. Bu metod yüksək həssaslığı ilə seçilir. Polyaroqrafik metodla bir məhlulda, kimyəvi ayrılma aparmadan müxtəlif elementləri həm vəsfi, həm də miqdarı təyin etmək olur.

5. Xromatoqrafik metod həll olan maddələrin (ionların) müxtəlif bərk maddələr (adsorbent) tərəfindən seçici adsorbsiya olunması hadisəsindən istifadə olunmasına əsaslanır. Adsorbent aktivləşdirilmiş alüminium-oksit, permutit, sintetik qatran və s. ola bilər. Xromatoqrafik metod vəsfi və miqdarı analizlərdə tətbiq olunur. Bu metod xüsusilə müxtəlif maddə və ionları ayırmaq üçün geniş tətbiq edilir.

Səhvlərin təsnifatı

Miqdarı analizdə alınan nəticə, bir qayda olaraq həmişə təyin olunan maddənin həqiqi miqdarından fərqlənir. Deməli, ölçmələrin nə dərəcədə diqqətlə və səliqə ilə aparılmasından asılı olmayaraq səhvə yol verilir. Öz xarakterinə görə bu səhvlər sistematik, metodik, əməliyyat, fərdi, təsadüfi və kobud səhvlərə bölünür.

Sistematik səhvlər səbəbi məlum olan səhvlərdir. Belə səhvlər müəyyən səbəblər üzündən yaranaraq artma və ya azalma istiqamətində analizin nəticəsinə təsir göstərir. Sistematik səhvlərin aşağıdakı növləri var: metodik səhvlər, cihazların və reaktivlərin tətbiqindən asılı olan səhvlər, əməliyyat səhvləri və fərdi səhvlər.

Metodik səhvlər istifadə olunan analiz metodlarının xüsusiyyətlərindən asılıdır. Bu növ səhvlər miqdarı analizin nəticələrinə ciddi təsir göstərir ki, onları da aradan qaldırmaq çətinlik törədir. Metodik səhvlər analizdə istifadə olunan cihazların, ölçü qablarının və analitik tərzilərin lazımı dərəcədə dəqiq olmaması ilə əlaqədardır. Bundan başqa analizdə istifadə olunan məhlulların və reaktivlərin təmizlik dərəcəsi də xəta törədir.

Əməliyyat səhvləri analitik əməliyyatları dəqiq yerinə yetirmədikdə ortaya çıxır, məsələn, çöküntünü lazımı qədər yumadıqda və ya onu həddindən çox yuduqda.

Fərdi səhvlər fərdi bacarıqdan asılıdır. Məsələn, titrləmə zamanı indikatorun rənginin dəyişməsi dəqiq qeyd olunmazsa, səhvə yol verilmiş olur.

Təsadüfi səhvlər. Belə səhvlər analitik əməliyyat apardıqda havanın temperaturunun, nəmliyin və nümunə çəkisinin miqdarının dəyişməsi nəticəsində ortaya çıxır. Analitik ölçmələrdə bəzən kobud səhvlərə də yol verilir.

Səhvləri aşağıdakı yollarla müəyyən etmək olur.

Standart nümunələrin analizi. Metodun sistematik səhvlərini müəyyənləşdirmək üçün standart nümunə analiz olunur. Standart nümunə elə hazırlanmalıdır ki, onun tərkibində təyin olunan komponentin miqdarı dəqiq məlum olsun. Standart nümunələri hazırlamaq asan deyil. Dövlət standartları xidməti (DÜST) müxtəlif analiz məqsədləri üçün standart nümunələr hazırlayır və təsdiq edir.

Sərbəst metodlarla analiz. Məlum dərəcədə təmizliyi olan nümunələr olmadıqda, analizi dəqiqliyi məlum olan başqa metodla aparmaq xüsusən vacibdir.

Bundan başqa, sistematik səhvləri müəyyənləşdirmək üçün sınaq təcrübədən və nümunənin miqdarını dəyişmək üsulundan istifadə olunur. Təsadüfi səhvləri tapmaq mümkün deyildir. Ancaq paralel təyinetmələrin sayını artırmaqla təsadüfi səhvləri xeyli azaltmaq olur.

Qravimetrik (çəki) analiz. Qravimetrik analizin ümumi müddələri

Nümunənin təyin olunan komponentlərinin fərdi halda və ya birləşmələr şəklində ayrılıb kütləsinin dəqiq ölçülməsinə əsaslanan miqdarı analiz metodu *qravimetriya* adlanır.

Qravimetrik analiz 3 üsulla həyata keçirilir: *ayrılma, qovma və çökmə*.

Ayrılma metodu ilə təyin olunan element və ya birləşmə sərbəst şəkildə ayrılır, analitik tərəzidə çəkilərək miqdarı təyin olunur. Bu üsulla yalnız bəzi elementləri təyin etmək mümkündür. Məsələn, qızıl minerallardan sərbəst şəkildə ayrılır, yaxud ərintilərdən “çar arağında” həll edildikdən sonra reduksiyaedicilərin köməyi ilə sərbəst metala qədər reduksiya olunur.

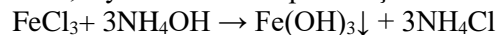
Qovma metodu ilə təyin olunan komponent, qızdırılmaqla və ya reaksiya vasitəsilə qovulur. Maddə miqdarı çəki fərqi ilə görə və ya birbaşa təyin edilir. Məsələn, karbonatlı birləşmələrdə karbon qazının miqdarını təyin etmək üçün maddə qızdırılır, karbon qazı xüsusi cihazlarda müəyyən maddələr vasitəsilə tutulur və həmin maddənin kütləsinin artması karbon qazının miqdarını ifadə edir. Bu metod vasitəsilə əsasən uçucu olan və ya analiz zamanı uçucu birləşmələrə çevrilən maddələr təyin edilir. Qovma metodu ilə bəzi maddələrin nəmliyini yoxlayırlar.

Qravimetriyada bu iki metod yalnız müəyyən və spesifik xassəyə malik maddələrin miqdarı təyin olunarkən istifadə edilə bilər.

Çökmə metodunu isə demək olar ki, bütün maddələrin təyininə tətbiq etmək olar. Ona görə də çökmə qravimetrik analizin əsas üsulu hesab edilir.

Bu üsulda təyin olunacaq komponent hər hansı bir çökdürücü reaktivlə çökdürülür və alınan çöküntünün kütləsinə əsasən onun miqdarı hesablanır. Kütləsi təyin edilməmişdən əvvəl o qurudulur və ya közərdilir. Bu zaman çökdürülmüş birləşmə bəzən digər tərkibli birləşməyə çevrilə bilər.

Çökmə metodunda mübadilə, kompleksmələgəlmə və parçalanma reaksiyalardan istifadə olunur: Məhlulda reaktiv əlavə etdikdə, təyin olunan komponent çökür. Məsələn,



Təyin olunan komponent daxil olan çöküntü formasına maddənin *çökmə forması* deyilir.

Çökmə formasına verilən tələblər:

1. Çökmə formasına verilən əsas tələb təyin edilən maddənin tam çökməsi şərtidir. Hər hansı bir maddəni tam çökdürmək üçün uyğun çökdürücü seçilməlidir. Bu zaman o çökdürücüyə üstünlük verilir ki, onun təyin edilən maddə ilə əmələ gətirdiyi çöküntünün həllolma hasili mümkün qədər kiçik olsun, əks halda onun çökməsi praktiki olaraq mümkün deyil. Çökdürülən maddənin binar elektrolitlər (AB tipli birləşmələr, məsələn, BaSO_4 , AgCl) üçün həllolma hasili $1 \cdot 10^{-8}$ böyük olmamalıdır. Hər hansı bir maddənin tam çökmə şərti qravimetrik analizdə analitik tərəzinin həssaslığı ilə bağlıdır. Analitik tərəzilərdə maddənin (bərk fazanın) çəkilə bilən ən az miqdarı $0,0001 (10^{-4})$ q-dır. Təyin edilən maddəni çökdürərkən onun məhlulda qalan miqdarı 10^{-4} q və ondan kiçik olarsa, bu maddələrin tam çökmə şərtidir.

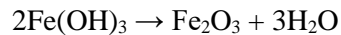
2. İkinci tələb çöküntünün məhluldan ayrılması ilə bağlıdır. Bu tələb həm çöküntünün məhluldan ayrılması üçün istifadə edilən filtrlərin xassələrindən, həm də qravimetrik analizin öz xüsusiyyətlərindən asılıdır. İlk vaxtlardan bu günədək çöküntünün məhluldan ayrılması bir yolla –filtr kağızı və ya filtrli şüşələrin köməyi ilə aparılır. Filtrlər müəyyən məsələlərə malikdir, onlar məhlulu buraxır, çöküntünü isə saxlayır. Lakin çökən maddənin hissəcikləri kiçik olduqda onlar məsələlərdən keçər və məhluldan ayrılması mümkün olmaz. Deməli, qravimetrik analizdə istifadə edilən çöküntülərin ölçüləri və quruluşu elə formaya malik olmalıdır ki, onlar asanlıqla məhluldan ayrıla bilsin. Bu zaman çöküntünün ayrılma sürəti kifayət qədər çox olmalıdır.

Çöküntü elə quruluşa malik olmalıdır ki, onu filtrləmək və yumaq mümkün olsun. Bundan əlavə, çöküntü məhlulda olan kənar maddələrlə çirklənməməlidir. Ən əlverişli çöküntülər iri kristallı çöküntülərdir. Onlar tez filtrlənir və asan yuyulur. Çox xırda kristalları olan çöküntülər sıx olmayan filtrin məsələlərindən keçə bildiyi üçün əlverişsizdir. Amorf çöküntülər, məsələn, $\text{Al}(\text{OH})_3$ yavaş filtrlənir və bundan da əlavə məhluldan kənar maddələri asanlıqla adsorbsiya edir və onlardan çətinliklə yuyulur.

3. Çökmə formasına verilən üçüncü tələb onun çəki formasına asanlıqla keçməsidir.

Filtrlənmiş və yuyulmuş çöküntü temperatur emalına məruz edilir, yəni qurudulur və ya közərdilir. Bu zaman çöküntüdən su tamamilə buxarlanır, onunla birlikdə yuyulması mümkün olmayan uçucu

birləşmələr də kənar olunur. Çox zaman çöküntünün tərkibinin dəyişməsi müşahidə edilir. Məsələn, ayrılmış $\text{Fe}(\text{OH})_3$ çöküntüsünün közərdilməsi zamanı o Fe_2O_3 -ə çevrilir.



Analizin sonunda Fe_2O_3 -ün kütləsini müəyyən edirlər.

Təyin ediləcək komponentin miqdarı müəyyən edilən birləşmə **çəki (qravimetrik) forma** adlanır. Bəzən çökmə forma çəki forması ilə üst-üstə düşür (məsələn, BaSO_4). Üst-üstə düşmədiyi hallarda çalışmaq lazımdır ki, çökmə forma çəki formasına tam və asanlıqla keçsin.

Çəki formasına verilən tələblər

1. Çəki formasına verilən ən mühüm tələb onun verilən kimyəvi formula (tərkibə) tamamilə (100%) uyğun olmasıdır. Qravimetrik analizdə yalnız o maddəni çəkmək olar ki, müəyyən və sabit kimyəvi tərkibə malik olsun.

2. Çəki formasına verilən ikinci tələb çöküntülərin kimyəvi cəhətdən kifayət qədər davamlı olmasıdır, yəni parçalanmamalı, nisbətən yüksək temperaturalarda uçucu olmamalıdır. Közərdilmiş çöküntü nəzərə cərpacaq dərəcədə hiqroskopik olmamalıdır. Buraya çöküntünün havadakı su buxarı və karbon qazı ilə qarşılıqlı təsirdə olması, onların asanlıqla oksidləşməsi və ya reduksiyası və s. də daxildir. Qravimetrik analizdə istifadə olunan çöküntülər bu xassələrə malik olmamalı, yaxud müəyyən vasitələrlə bu xassələr aradan qaldırılmalıdır.

3. Çəki formasına verilən üçüncü tələb təyin edilən element və ya birləşmənin çəki formasının tərkibində miqdarının mümkün qədər az olmasıdır. Təyin edilən maddənin miqdarı nə qədər az olarsa, analizin nəticəsinin dəqiqliyi bir o qədər çox olar. Qravimetrik təyinatda istifadə olunan bütün əməliyyatlarda (nümunə çəkisinin götürülməsi, çökmə, süzmə və s.) buraxılan səhvlər təyinatın dəqiqliyinə o vaxt az təsir göstərir ki, təyin edilən maddənin miqdarı çəki formasında mümkün qədər az olsun. Məsələn, xromu BaCrO_4 və Cr_2O_3 formalarında təyin etdikdə çökmə zamanı buraxılan eyni miqdar xəta xromu BaCrO_4 şəklində təyin edən zaman onu Cr_2O_3 şəklində təyininə nisbətən 3,5 dəfə azdır. Çökmə prosesində 1mq səhvə yol verilmişsə, onda bu səhv özünü son hesablamada aşağıdakı kimi göstərir:

Çəki forması BaCrO_4 olduqda:

$$\begin{array}{l} 253,3 \text{ mq } \text{BaCrO}_4 \text{--d} \underline{\hspace{2cm}} 52 \text{ mq Cr} \\ 1 \text{ mq } \text{BaCrO}_4 \quad \underline{\hspace{2cm}} \times \text{ mq Cr} \\ x = 0,2 \text{ mq Cr} \end{array}$$

Çəki forması Cr_2O_3 olduqda:

$$\begin{array}{l} 152 \text{ mq } \text{Cr}_2\text{O}_3 \text{--d} \underline{\hspace{2cm}} 104 \text{ mq Cr} \\ 1 \text{ mq } \text{Cr}_2\text{O}_3 \quad \underline{\hspace{2cm}} \times \text{ mq Cr} \\ x = 0,7 \text{ mq} \end{array}$$

Bütün bu tələblər qravimetrik təyinatlarda istifadə olunan çöküntülərin alınması zamanı çökdürücünün seçilməsi, çökmə prosesinin aparılması, çöküntünün yuyulması və bir çox başqa proseslərlə bağlıdır. Bütün bu hadisələrin mahiyyətini başa düşmək və qravimetrik çöküntünün alınma şəraitini optimallaşdırmaq üçün çöküntünün əmələgəlmə mexanizmini, onun formalarının təmiz halda alınma yollarını və s. ətraflı araşdırmaq lazımdır.

Qravimetrik analizin mühüm əməliyyatları

1. *Butaların hazırlanması.* Çökdürmə, filtrləmə və çöküntülərin yuyulması zamanı butalar hazırlanmalıdır. Butaların hazırlanması qravimetrik analizin qravimetrik təyinin başlanğıcı deməkdir. Butalar o zaman hazırlanmış hesab olunur ki, çəkisi sabitləşənə qədər közərdilsin. Butalar yuyulur, qaz lampası vasitəsilə qurudulur və mufel sobalarda müəyyən temperaturda közərdilir. Bu zaman temperatur çöküntünün közərdilməsi temperaturuna bərabər olmalıdır. Əməliyyat 30-40 dəqiqə aparılır. Sonra buta otaq temperaturuna qədər soyudulmaq üçün 40-45 dəqiqə eksikatora yerləşdirilir. Çəkildən sonra butanı yenidən mufel peçində 15-20 dəqiqə közərdirlər, eksikatora soyudurlar və yenidən çəkirlər. Bu əməliyyatı butanın çəkisi sabitləşənə qədər təkrarlayırlar. Butanın çəkisi o vaxt sabit sayılır ki, 2 ardıcıl çəkinin fərqi 0,0002 q-dan artıq olmasın.

2. *Çökdürmə.* Çəki analizinin mühüm əməliyyatlarından biri də çökdürmədir. Miqdarı analizdə çökdürmə zamanı təyin olunan maddənin tamamilə çökdürülməsi vacibdir. Bu zaman çöküntü tam filtrləmək və yumaq üçün münasib formada olmalıdır.

Çökdürməni kimyəvi stəkanda aparılır, belə ki, kolbadan çöküntünün tam köçürülməsi mümkün olmur. Çökdürmək üçün istifadə olunan reaktiv damcı-damcı məhlulun ortasına deyil, stəkanın daxili divarı ilə tökürlər. Məhlulu ətrafa sıçratmaq olmaz, belə ki, bu təyin olunan maddənin itməsinə səbəb olar. Məhlulu fasiləsiz şüşə çubuqla qarışdırmaq lazımdır. Bu zaman çalışmaq lazımdır ki, şüşə çubuq stəkanın divarına və dibinə toxunub cızmasın. Əgər çökdürmə isti məhlulda aparılırsa, onun qaynamasına imkan vermək olmaz. Çünki bu zaman məhlul buxarlanarsa, maddə itkisi baş verə bilər. Müəyyən qədər təmiz və filtrləmək üçün rahat kristallik çöküntü almaq üçün aşağıdakı şərtlərə əmələ etmək lazımdır:

- a) kristallik çöküntülər çox durulaşdırılmış məhluldan duru reaktivlər vasitəsilə çökdürülməlidir.
- b) çökdürücünü çox asta-asta əlavə etmək, hətta əvvəl damcılarla tökmək lazımdır.
- v) çökdürmə isti məhlulda aparılmalıdır.

g) daha böyük kristalların əmələ gəlməsi üçün ana məhlulu müəyyən müddət soyuqda saxlamaq lazımdır.

Amorf çöküntünü çökdürmək üçün şərtlər fərqlidir:

a) çökdürməni bir qədər qatı məhlullardan qatı reaktiv məhlulu ilə çökdürürlər. Belə şəraitdə daha sıx çöküntülər əmələ gəlir;

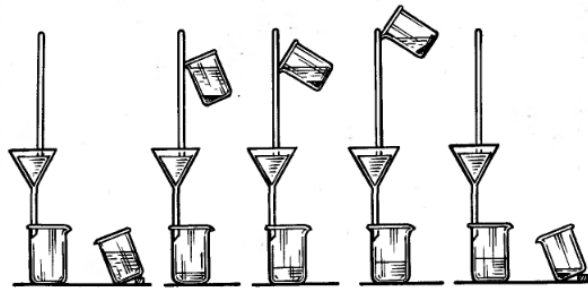
b) çökdürücünü bir qədər sürətlə əlavə edirlər (kristallik çöküntülərin alınmasına nisbətən)

v) çökdürmədən əvvəl məhlula kooqulyasiya əmələ gətirən elektrolit əlavə edirlər.

g) çökdürməni isti məhlulda aparıb və dərhal filtrləyirlər.

3. *Filtrləmə və çöküntünün yuyulması.* Yuxarıda göstəriləndiyi kimi filtrləmə çökdürmədən dərhal və ya müəyyən vaxtdan sonra aparılır. Miqdarı analizdə filtrləmə üçün zolsuz filtrlərdən, yəni yandıqda çox az (0,0001 q) zol verən filtrlərdən istifadə olunur. Zolsuz filtrlər müxtəlif ölçülərdə olur və bir-birindən sıxlıq dərəcəsinə görə fərqlənir. Nisbətən qalın filtrlər qara, yaxud qırmızı lentlə bükülmüş olur. Orta qalınlıqlı filtrlər ağ lentlə, daha qalınlıqları mavi lentlə bükülür. Filtrləmədən əvvəl işlənən filtrin ölçüsünü və qalınlığını ölçmək lazımdır. Ölçüsü çöküntünün miqdarından asılıdır: o filtrin 1/3 hissəsini (yarıdan çox olmamaq şərti ilə) tutmalıdır. Elə qıf seçmək lazımdır ki, filtr onun kənarlarından 0.5-1 sm aşağıda qalsın. Filtri 4 qat qatlayıb ¼ hissəsini qıfı yerləşdirirlər. Filtrin qıfı yaxşı yapışması üçün qatın yuxarı küncündən kəsmək olar. Quru filtri qıfı ilə yerləşdirmək lazımdır ki, tamamilə qıfı kip, sıx yapışmış olsun. Sonra filtri su ilə isladıb elə etmək lazımdır ki, qıfın divarı ilə yaş filtr arasında hava qabarcığı qalmasın. Qıfın borusunun içini barmaq ilə bağlayıb onu su ilə doldururlar. Filtri bir balaca qaldırıb borunu tam su ilə dolduraraq içərisində hava qabarcıqları qalmasına nail olmaq lazımdır. Nəhayət filtri yenidən qıfın divarına sıxaraq filtrləmənin tezliyini yoxlayırlar. Filtrdən su qabarcıqlarsız süzüləlidir; qıfın borusu hətta filtr boşaldıqdan sonra belə su ilə dolu qalmalıdır.

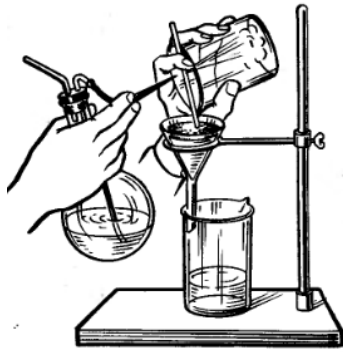
Qıfın borusu stəkanın daxili divarına toxunduqda süzülmə daha sürətlə gedir. Əgər filtrat kolbaya yığılarsa, onda kolbanın boğazına çini üçbucaq qoyur və qıfı onun içərisinə yerləşdirirlər. Qıfı kolbanın arasına bir neçə dəfə qatlanmış kağız da qoymaq olar. Filtrləmə üçün qıfı və avadanlıqları hazırladıqdan sonra, filtrləməyə başlayırlar. Filtrdən süzüləcək maye olan stəkanı sağ əl ilə götürüb, qıfıdan bir qədər yuxarı qaldırırlar. Məhlulu qarışdırmaq üçün lazım olan şüşə çubuğu ehtiyatla stəkandan çıxarıb sol əl ilə qıfın üzərində şaquli vəziyyətdə saxlayırlar. Maye axını şüşə çubuğa filtrin daxili səthinə istiqamətləndirirlər. Çubuğu stolun üzərinə və ya rəfə qoymaq olmaz. Şüşə çubuqla mayeni filtrə keçirdikdə, stəkanın dibindəki çöküntünün tərpənməsinə çalışmaq lazımdır. Mayenin çox hissəsi çöküntüdən ayrılaraq filtrləndikdə stəkanın dibində çöküntü ilə birlikdə az miqdarda maye qalır. Bu çöküntünü dekantasiya vasitəsilə yuyurlar (şəkil 3).



Şəkil 3. Süzmə və dekantasiya

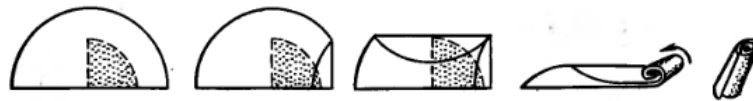
Bunun üçün yuyucudan maye sırnağını elə istiqamətləndirirlər ki, o, stəkanın divarlarındakı hissəcikləri çöküntüyə qatsın. Çöküntünü qarışdırır, stəkanın tam dibinə çökənə qədər duruldurlar. Şəffaflaşmış mayeni filtrləyirlər. Bu əməliyyatı 3-4 dəfə təkrar edirlər. Bundan sonra çöküntünü tamamilə filtrə keçirirlər. Stəkanın dibində və divarlarında qalan çöküntü qalıqlarını yuyucu vasitəsilə yuyaraq filtrə

keçirirlər. Stəkanda divarlarına möhkəm yapışmış hissəciklər qala bilər. Çöküntünü tamamilə filtrə keçirdikdən sonra filtrdə o yavaş-yavaş yuyulur. Yuyulma 4-5 dəfə təkrar olunur.



4. *Çöküntünün qurudulması və közərdilməsi.* Filtrin kənarlarını mərkəzə doğru qaytararaq ehməlcə çöküntü ilə birlikdə qıfıdan çıxarıb butaya yerləşdirirlər. Çöküntü ilə butanı çini üçbucağa yerləşdirir, üçbucağı ştativin həlqəsinə qoyub, qaz alovunda ehtiyatla qızdırırlar. Filtr quruduqda qızdırma şiddətlənir və filtr qaralmağa başlayana qədər davam etdirilir. Filtrin alovlanmasına yol vermək olmaz. Çöküntü ilə birlikdə yaş filtri qıfda quruducu şkafta qurutmaq olar. Bu zaman nəzarət etmək lazımdır ki, filtr həddən artıq qurumasın. Bir az quruduqdan sonra çöküntü ilə birlikdə nəm filtrləri butaya yerləşdirir, mufel sobada közərdirlər. Közərmənin temperaturu və vaxtı çöküntünün tərkibi və miqdarından asılı olaraq müəyyənləşdirilir. Sonra buta eksikatora soyudulur və çəkilir. Yenidən 15-20 dəqiqə mufel sobasında yerləşdirilir,

eksikatora soyudulur, çəkilir. Əməliyyat çöküntülü butanın sabit kütləyə çatdırılana qədər davam etdirilir. Təkrar kütlə ilkin kütlədən 0.0002 qramdan çox fərqlənməzsə, deməli, sabit kütlə alınmışdır.



Şəkil 4. Çöküntü ilə birlikdə filtr kağızının bükülməsi

5. *Nümunənin götürülməsi.* Qravimetrik analiz məhlullarda aparılırsa, yuxarıdakı əməliyyatlar yerinə yetirilir. Əgər analiz olunan maddə bərkdirsə, əvvəlcə bu maddədən nümunə (maddənin dəqiqi çəkilmiş miqdarı) götürmək lazımdır. Sonra onu həll etmək və çökdürmək. Nümunə orta probdan götürülür. Təbii maddələr və sənaye məhsulları əksər hallarda eyni cinsli olmur. Çox olmayan maddə nümunəsi analizin nəticələrinin dəqiq olması və analiz olunan məhsula tam uyğun olması üçün orta nümunə götürürlər. Orta nümunənin seçilmə üsulları müxtəlifdir. Ancaq hər bir halda ümumi qanunauyğunluq saxlanılır: tədqiq olunan maddənin müxtəlif yerlərindən götürülən miqdar nə qədər çox olarsa, alınan nəticələrin analiz olunan maddələrin tərkibinin əks etdirməsi ehtimalı bir o qədər çox olar. Nümunənin kütləsi analiz olunan maddənin ehtimal olunan tərkibinə uyğun olaraq alınan çöküntünün miqdarına əsasən hesablanır. Közərdilmiş kristallik çöküntünün (məsələn, BaSO_4) kütləsinin təqribən 0.5 q nümunə çəkisi kimi götürmək daha əlverişlidir. Əgər amorf çöküntü (məsələn, $\text{Fe}(\text{OH})_3$) alınarsa, közərdilən çöküntünün miqdarı təqribən 0,1 q olmalıdır. Nümunənin hesablanması təqribidir. O hesablanmış miqdardan bir qədər az və ya çox ola bilər. Ancaq 0,0002 q dəqiqliklə çəkilməlidir. Götürülən nümunəni həll etmək üçün yuyucu ilə buksün divarlarından hissəcikləri tamamilə yuyaraq kimyəvi stəkana keçirirlər. Tam hidroliz gözlənilmədiyi hallarda nümunəni suda həll etdikdə məhlulu azca turşulaşdırırlar. Həllolmanı sürətləndirmək üçün stəkani bir qədər qızdırmaq olar. Əgər maddə suda həll olmursa, onu müxtəlif turşularda həll edir, ya da əridirlər.

6. *Analizin nəticələrinin hesablanması.* Çöküntünün kütləsini tapmaq üçün çöküntü ilə butanın birgə kütləsindən butanın və filtrin zolunun (etiketdə göstərilən) kütləsini çıxırlar. Alınan çöküntünün kütləsini analitik hasilə (F) vurur və təyin ediləcək maddənin kütləsi tapılır. Analitik hasil cədvəldən götürülür. Cədvəl yoxdursa, onu asanlıqla hesablamaq olar. Məsələn, çəki forması Fe_2O_3 olan birləşmədə dəmirin miqdarını tapmaq lazımdır. Analitik hasili tapmaq üçün 1q belə formada nə qədər dəmirin olduğu müəyyən edilir. 1 mol (159,7 q) Fe_2O_3 -də 111,7 q dəmir olduğunu nəzərə alaraq analitik hasili aşağıdakı kimi hesablayırlar:

$$\begin{array}{r} 159,7 \text{ q } \text{Fe}_2\text{O}_3 \quad \text{_____} \quad 111,7 \text{ q Fe} \\ 1 \text{ q } \text{Fe}_2\text{O}_3 \quad \text{_____} \quad x \text{ q Fe} \\ x = \frac{111,7}{159,7} \approx 0,6994 \end{array}$$

Fe_2O_3 çəki formasında dəmirin təyininin analitik hasili 0,6994 q-dır.

Analitik hasili bilməklə analiz olunan nümunədə maddə miqdarını $P=Fm$ düsturu ilə tapmaq olar. Burada P – təyin olunan komponentin kütləsi, F - analitik hasil, m isə çöküntünün kütləsidir.

Qravimetrik analizdə, ümumiyyətlə, miqdarı analizdə 2 və 3 paralel təyinat aparılır. Paralel təyinatların nəticələri arasındakı fərq 0,0002-0,0004 çox olmadıqda orta qiymət götürülür. Fərq böyük olduqda işi yenidən yerinə yetirmək lazımdır. Paralel təyinatlar arasındakı fərq nə qədər kiçik olarsa, analiz bir o qədər dəqiq yerinə yetirilmiş hesab olunur.

Analiz zamanı element və ya birləşmənin mütləq miqdarı deyil, onun analiz olunan maddədə faizlə miqdarı daha çox maraq doğurur. Bu miqdar

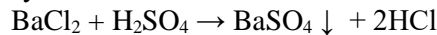
$$x = \frac{m \cdot F \cdot 100}{g} \text{ düsturu ilə hesablanır.}$$

Burada g – analiz olunan maddənin nümunə çəkisidir. Paralel təyinatların nəticələri işçi jurnalda qeyd olunur.

Qravimetrik təyinat

Bariumun təyini

Bariumun qravimetrik təyinatında BaCl_2 məhluluna duru sulfat turşusu ilə təsir edirlər:



Barium-sulfat çöküntüyə verilən tələblərə uyğun kimyəvi birləşmədir. Onun həllolma hasili $1,1 \times 10^{-10}$ -dir, praktiki olaraq turşularda həll olmur, BaSO_4 formuluna uyğun sabit tərkibə malikdir. Qızdırıldıqda barium sulfat parçalanmadığından onun çökmə forması ilə çəki forması üst-üstə düşür. BaSO_4 çöküntüsünün bəzi mənfi xüsusiyyətləri də var: kristalları kiçik olduğuna görə filtdən keçir. Çökmə zamanı BaSO_4 kristallarının nisbətən böyük alınmasına diqqət yetirilməlidir. Nəzərə almaq lazımdır ki, BaSO_4 məhluldakı başqa ionlarla tez çirklənir. Ona görə də kristalların böyük və təmiz alınması üçün çökdürücü asta-asta əlavə edilməlidir. Bundan əlavə çirklənmənin qarşısını almaq məqsədilə BaSO_4 -ın çökdürülməsi az miqdarda xlorid turşusunun iştirakında aparılır. Kristalların iri alınmasına temperaturun da müəyyən təsiri var. Lakin BaSO_4 -ın həll olmasının temperaturdan asılı olaraq artmasını nəzərə alaraq çökmə soyuqda sona çatdırılır.

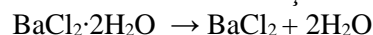
İşin gedişi: Barium-xlorid nümunəsini (400-500 mq) 250 ml-lik stəkana keçirir, suda həll edir və 100 ml-ə qədər durulaşdırırlar. Sonra üzərinə 2N 3-4 ml xlorid turşusu əlavə edib $80-90^\circ\text{C}$ -yə qədər (qaynatmamaq şərti ilə) qızdırırlar. Qızdırmanı dayandıraraq məhlula yavaş-yavaş 25 ml 0.5N isti sulfat turşusu məhlulu əlavə edirlər. Tam çökməni yoxlayırlar. Bunun üçün bir neçə damcı H_2SO_4 əlavə edib, bulantının əmələ gəlməsini müşahidə edirlər. Əgər bulantı əmələ gələrsə, yenə 5 ml H_2SO_4 əlavə edib müşahidə aparırlar. Stəkanı təmiz saat şüşəsi və ya təmiz ağ vərəq ilə bağlayıb, o biri günə qədər saxlayırlar. Filtrləməni diametri 9 sm olan (mavi lentli) sıx zolsuz filtrlə həyata keçirirlər. Filtri qıfı bərk sıxmaq lazımdır. Ştativə bərkidilmiş qıfın altına boş stəkan qoyurlar. Şüşə çubuq üzərindən çöküntünü bulandırmamaq şərti ilə məhlulu qıfı tökürlər. Stəkandan məhlulu tam boşaltdıqdan sonra çöküntünü dekantasiya edirlər. Stəkana HCl ilə turşulaşdırılmış 20-30 ml soyuq distillə suyu töküüb qarışdırırlar. Şəffaf məhlulu filtdən keçirirlər. Dekantasiya üsulu ilə yumanı 2-3 dəfə təkrarlayırlar, sonra çöküntünü hissə-hissə filtrə keçirirlər. Filtdəki çöküntünü Cl^- ionu yuyulana qədər soyuq su ilə yuyurlar.

Filtri çöküntü ilə bərabər çini kasada qurudub, sabit kütlə alınana qədər közərdirlər. Bariumun $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -da faizlə miqdarını hesablayırlar. Barium sulfatın çəki forması - BaSO_4 -dır. Anallitik hasil isə $F_{\text{BaSO}_4/\text{Ba}} = 0,5885$.

Barium-xlorid kristalhidratında kristallaşma suyunun təyini

Götürülmüş nümunənin kütləsindən asılı olaraq $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -nun tərkibindəki kristallaşma suyunun kütləsinin təyini onun qurudulduqdan əvvəl və sonra kütlələrinin fərqinə əsasən müəyyən edilir.

$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kristalhidratı 105°C -də kristallaşma suyunu itirir. Təcrübədə barium-xlorid nümunəsi $105-125^\circ\text{C}$ -də qurudulur. Bu zaman maddə tamamilə susuzlaşır.



İŞİN GEDİŞİ: Təmiz yuyulmuş büks yanakı qoyulmuş qapağı ilə birgə quruducu şkafa qoyulur. 45-60 dəqiqə qurudulduqdan sonra, 15-20 dəqiqə eksikatora soyudulur. Sonra, bütün qaydalara riayət etməklə, büks analitik tərəzidə çəkilir. Laboratoriya jurnalında qeydlər edilir, büksə (əvvəlcədən texniki tərəzidə çəkilmiş) 1,5 q $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tökülür, qapağı örtülərək analitik tərəzidə dəqiq çəkilir. Nümunə

çəkisi ilə birlikdə büks qapağı yanakı qoyulmaqla təkrar quruducu şkafa qoyulur. Temperaturun 125°C -dən yuxarı olmamasına nəzarət edilir.

1,5-2 saatdan sonra tutqacla büks (qapağı ilə birgə) eksikatora yerləşdirilir, 20-25 dəqiqədən sonra qapağını örtüb analitik tərəzidə yenidən çəkilir. Büksün verilmiş nümunə ilə birgə çəkisi dəftərdə qeyd edilib, 40-45 dəqiqə müddətinə yenə quruducu şkafa yerləşdirilir. Sonra yenə soyudulub, tərəzidə çəkilir. Əgər I və II çəkinin nəticələri arasında fərq 0,0002 qramdan çox deyilsə, hesab etmək olar ki, kristalhidrat tamamilə susuzlaşmış. Verilmiş nümunə ilə birgə büksün sonuncu kütləsi laboratoriya jurnalında qeyd edilir və hesablama aparılır.

ANALİZİN YAZILIŞ NÜMUNƏSİ

Barium-xlorid kristalhidratında kristallaşma suyunun təyini

1. Nümunənin götürülməsi:

$$\begin{array}{r} 10,5540 \text{ q (nümunə ilə birgə büksün kütləsi)} \\ - 9,1525 \text{ q (boş büksün kütləsi)} \\ \hline 1,4015 \text{ q (BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O nümunəsinin kütləsi)} \end{array}$$

2. Qurudulduqdan sonra nümunə ilə birgə büksün kütləsi:

$$\begin{array}{l} \text{I. } 10,3492 \text{ q} \\ \text{II. } 10,3480 \text{ q} \\ \text{III. } 10,3480 \text{ q} \end{array}$$

3. Analizin nəticələrinin hesablanması:

Kristallaşma suyunun kütləsi: $m(\text{H}_2\text{O}) = 10,5540 - 10,3480 = 0,2060 \text{ q}$, faizlə miqdarı: $\frac{0,2060 \cdot 100}{1,4015} = 14,7\%$

Kristallaşma suyunun təcrübədə alınan miqdarı nəzəri hesablanmış miqdarı ilə müqayisə edilir.

Barium-xlorid kristalhidratında kristallaşma suyu nəzəri olaraq aşağıdakı kimi hesablanır:

$$M(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \frac{\quad\quad\quad 2M(\text{H}_2\text{O})}{100 \quad\quad\quad x\%}$$

$$x = \frac{2M(\text{H}_2\text{O}) \cdot 100}{M(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}$$

Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

11 | Titrimetrik analiz

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- H_2SO_4
- KMnO_4
- KI
- NH_4SCN
- AgNO_3
- NaOH
- 0,1 N HCl
- fenolftalein, metiloranj
- pipet, büret
- Erlenmeyer kolbası

Titrimetrik analiz kimyəvi analiz metodlarından biridir. Bu analizdə miqdarı təyinat məlum qatılıqlı məhlulun müəyyən olunacaq maddə miqdarına sərf olunan həcminə əsasən aparılır.

Analiz olunan maddə nümunəsi həlledicidə həll edilir və ya analiz olunan maddənin məhlulu verilibsə, onun həcmi dəqiq ölçülür və üzərinə tam reaksiya gedənə qədər qatılığı dəqiq məlum olan reaktiv əlavə edilir. Bu əməliyyat titrləmə, reaktiv isə *işçi məhlul* (*titrant* və ya *standart məhlul*) adlanır. Titrləmə zamanı reaktivin artıq miqdarı deyil, reaksiya tənliyinə uyğun miqdarı əlavə olunur. Titrləmə əməliyyatı reaksiya başa çatdığı ana, yəni əlavə olunan işçi məhlulun təyin ediləcək maddə miqdarına ekvivalent miqdarı əlavə olunana qədər –ekvivalent nöqtəsinə kimi aparılır.

Məlumdur ki, bir-biri ilə qarşılıqlı təsirdə olan məhlulların həcmi, onların normal qatılıqları ilə tərs mütənasibdir:

$$\frac{V_1}{V_2} = \frac{N_2}{N_1} \quad \text{və ya} \quad V_1 N_1 = V_2 N_2$$

Burada V_1 , V_2 - məhlulların həcmi; N_1 , N_2 isə normal qatılıqlardır.

Yuxarıdakı asılılıq titrimetrik təyinatın əsasını təşkil edir. Deməli, qarşılıqlı təsirdə olan məhlullardan birinin qatılığını təyin etmək üçün hər ikisinin həcmi, digərinin dəqiq qatılığı, titrlənən maddənin tam reaksiya getdiyi məlum olmalıdır. Ona görə də titrimetrik təyinatda aşağıdakılar zəruridir:

1. Qarşılıqlı təsirdə olan məhlulların dəqiq həcmi;
2. Titrləməni aparmağa imkan verən işçi məhlulların dəqiq qatılıqlı məhlullarının hazırlanması;
3. Ekvivalent nöqtəsinin təyini.

Titrimetrik təyinat qravimetrik təyinatla nisbətən daha az vaxt aparır. Çox saylı əməliyyatları (çökmə, filtrləmə, qurudulma, közərtmə və s.) olan qravimetrik analizlə müqayisədə titrimetrik təyinatda yalnız bir əməliyyat -titrləmə aparılır.

Titrimetrik analizdə təyin edilən maddə miqdarı işçi məhlulun sərf olunan həcminə əsasən aparıldığından bu metoda həcmi analiz metodu da deyilir. Lakin mahiyyət etibarı ilə “həcmi analiz” terminini təkcə titrimetrik analizə deyil, həcmi ölçülməsinə əsaslanan istənilən miqdarı analiz metoduna aid etmək olar.

Titrimetrik analizin nəticələrinin qravimetrik analizlə müqayisədə dəqiqliyinin az olmasına baxmayaraq, o təyinatı daha tez aparmağa imkan verir.

Bu və ya digər reaksiyanın titrləmədə istifadə olunması üçün o bir sıra tələblərə cavab verməlidir.

1. Reaksiya əlavə maddələrin alınmaması şərti ilə, yəni reaktiv yalnız təyin olunan maddəyə sərf olunması ilə miqdarı olaraq reaksiya tənliyinə tam uyğun olmalıdır .

2. Reaksiyanın sonu reaktivin miqdarı təyin edilən maddənin miqdarına ekvivalent olması üçün dəqiq müəyyənləşməlidir. Analizin nəticəsinin hesablanması reaksiyaya girən maddələrin ekvivalentliyinə əsaslanır.

3. Reaksiya kifayət qədər sürətlə getməli və praktiki cəhətdən dönməyən olmalıdır. Yavaş gedən reaksiyalarda ekvivalent nöqtəsini dəqiq təyin etmək, demək olar ki, mümkün deyil.

Titrimetrik analiz metodları

Titrimetrik analizdə müxtəlif reaksiyalardan istifadə edilir. Titrəmənin hansı reaksiya əsasında aparılmasından asılı olaraq titrimetrik analizin aşağıdakı metodları var:

1. *Neytrallaşma reaksiyasına əsaslanan turşu-əsas metodları.* Bu metod vasitəsilə turşu, əsas və bəzi duzların miqdarı təyin edilir.

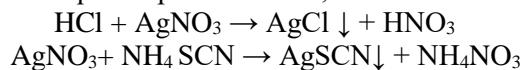
2. *Oksidləşmə-reduksiya metodları* (oksidimetriya). Bu metod oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarına əsaslanır. Oksidləşdirici məhlullar vasitəsilə reduksiyaedici maddələrin miqdarı və ya əksinə təyin edilir.

3. *Çökmə və kompleksmələgəlmə metodları.* Bu üsul ionların çətin həll olan birləşmə və az dissosiasiya edən komplekslər əmələ gətirməsinə əsaslanır.

Titrəmə üsulları. Titrəmə prosesini yerinə yetirmək üçün bir neçə üsul var:

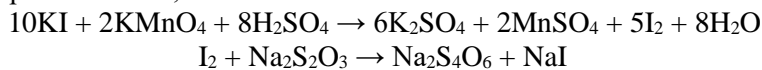
1. *Birbaşa titrəmə* - işçi məhlul ilə miqdarı təyin edilən maddə arasındakı reaksiyaya əsaslanır. Bu üsul ən sadə və geniş tətbiq olunan üsuldur.

2. *Əksinə titrəmə* - miqdarı təyin olunan maddənin məhlulu üzərinə işçi məhlul artıqlaması ilə əlavə edilir. İşçi məhlul təyin olunan maddə ilə tam reaksiyaya daxil olduqdan sonra artıq miqdarı digər dəqiq qatılıqlı işçi məhlulla titrlənir. Birinci işçi məhlulla ikincinin həcmi arasındakı fərqə əsasən təyin olunan maddənin miqdarı tapılır. Məsələn,



Burada HCl - miqdarı təyin olunan maddə, AgNO₃ – birinci işçi məhlul, NH₄SCN isə ikinci işçi məhluldur.

3. *Dolaylı titrəmə.* Bu titrəmənin bir neçə növü tətbiq olunur. Bunlar içərisində ən geniş istifadə olunanı əvəzedicinin titrlənməsi üsuludur. Miqdarı təyin ediləcək maddə başqa bir maddə, işçi məhlulla titrlənə bilən məhsul əmələ gətirir ki, həmin məhsulun miqdarına əsasən ilkin təyin ediləcək maddənin miqdarı tapılır. Məsələn,



Burada KMnO₄ – miqdarı təyin edilən maddə, KI - əlavə edilən maddə, I₂ – məhsul, Na₂S₂O₃ isə işçi məhluldur.

Titrəmə nöqtəsi indikatorun – nişasta məhlulunun köməyi ilə təsbit olunur. Məhlulu Na₂S₂O₃ məhlulu ilə titrlədikdə ekvivalent nöqtədə rəng itir.

Həcmi ölçülməsi. Titrimetrik təyinatda reaksiyaya girən maddə məhlullarının həcmələrinin dəqiq ölçülməsi olduqca mühümdür. Həcmi dəqiq ölçülməsi üçün ölçülü qablardan istifadə olunur. Titrəmə zamanı işçi məhlulun həcmi büretmə ölçülür. Makrotəyinatlarda əsasən həcmi 25 ml, bəzi hallarda isə 50 ml-lik büretmə ölçülür.

Titrəmənin məhlulun həcmi Mor pipeti vasitəsilə ölçülür. Çox zaman bu məqsədlə 10 ml və ya 20 ml olan pipetlər götürülür. Titrəmənin məhlulun həcmi düzgün seçilməsi vacibdir, əks halda analizin nəticələri dəqiq olmayacaq. Büretmə bölgülərini qeyd edərkən hər dəfə yol verilən səhv ~ 0,02 ml olur.

Titrəməyə sərf olunan məhlulun həcmi büretmə həcmindən çox olmamalıdır. Belə hallarda büretmə ikinci dəfə doldurulmalıdır ki, bu da səhvləri ikiqat artırır. Əgər titrəməyə sərf olunan məhlul çox az və ya lap çoxdursa, onda büretmə başqası ilə əvəz etmək lazımdır. Titrəməyə sərf olunan məhlulun həcmi büretmə ümumi həcmi 1/3 – dən 2/3 -ə qədər olmalıdır.

İşçi məhlullar

Titrimetrik analizi aparmaq üçün qatılığı dəqiq məlum olan maddənin məhlulundan – işçi məhluldan (standart, titrant) istifadə edilir. İşçi məhlul vasitəsilə titrəməni aparmaq üçün onun qatılığı məlum olmalıdır. Belə məhlulların hazırlanmasının bir neçə üsulu var:

1. Analitik tərzidə dəqiq çəkilmiş nümunə ölçü kolbasında lazım olan həcmə qədər durulaşdırılır, yəni həll olan maddənin kütləsi və məhlulun həcmi dəqiq məlum olan məhlul hazırlanır. Belə məhlul *titrlə*

məhlul adlanır. Maddə kütləsinin **m** və məhlulun həcmnin **V** olduğunu nəzərə alaraq titri aşağıdakı

düsturla hesablanır:
$$T = \frac{m}{V}$$

2. Lazım olan məhlul təxmini hazırlanır, onun dəqiq qatılığı başqa titrli məhlul vasitəsilə titrlənərək müəyyənləşdirilir. Titrlemə ilə müəyyənləşdirilmiş məhlullara təyin edilmiş *titrli məhlullar* deyilir.

3. “Fiksanala” görə titrli məhlulların hazırlanması geniş tətbiq olunur. Analitik praktikada çox hallarda müəyyən titrə malik olan məhlullar hazırlamaq üçün kimyəvi zavodlarda və xüsusi laboratoriyalarda dəqiq çəkilib götürülmüş kimyəvi təmiz bərk birləşmələrdən və onların dəqiq ölçülüb götürülmüş məhlullarından istifadə olunur. Göstərilən maddələr və onların məhlulları xüsusi şüşə ampullarda saxlanılır.

İşçi məhlulların titri müəyyən zaman müddətində dəyişə bilər. Ona görə də bir qədər vaxt keçdikdən sonra (bir həftədən üç həftəyə qədər – bu məhlul hazırlanan maddənin təbiətindən asılıdır) onun titrini yoxlamaq lazımdır.

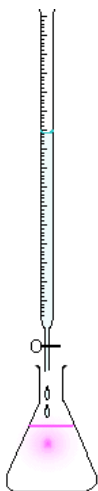
Titrimetrik analizin qaydalarından biri də odur ki, işçi məhlulların titrləri hansı şəraitdə müəyyənləşdirilibsə, o şəraitdə də analizdə istifadə olunmalıdır. İşçi məhlulların qatılıqları normal qatılıqla və ya titrlə ifadə edilir. Məhlulun titri bir ml məhlulda həll olan maddənin kütləsi (*q*) ilə müəyyən edilir. Analitik laboratoriyalarda əksər hallarda titri müəyyən olunmaqla təyin olunacaq maddənin miqdarı tapılır.

İşçi məhlul hazırlamaq üçün *standart maddələrdən* istifadə edirlər. Standart maddələr elə maddələrə deyilir ki, onlar tamamilə - 100% malik olduqları kimyəvi formulu əks etdirsin, yəni bu maddələr təmiz olmalı və ya asanlıqla təmizlənmə bilməlidirlər. Bununla yanaşı, analizdə istifadə olunması üçün bu maddələr aşağıdakı tələblərə cavab verməlidir:

1. Hiqroskopik olmamalı, havada davamlı olmalı, eləcə də havanın oksigeni və ya karbon qazının təsirinə məruz qalmamalıdır.
2. Məhlul davamlı olmalı, yəni oksidləşməməli və ya parçalanmamalıdır.
3. Mümkün qədər ekvivalent kütləsi böyük olmalıdır ki, təyinatda nisbi səhv kiçik olsun.
4. Suda yaxşı həll olmalıdır.
5. Titrənən maddələrlə asan və sürətlə, tənliyə uyğun qarşılıqlı təsirdə olmalıdır.

Standart maddədən hazırlanan işçi məhlulun titrini müəyyənləşdirmək üçün dəqiq çəkilmiş nümunədən dəqiq qatılıqlı məhlul ölçü kolbasında hazırlanır. Bunun üçün ölçü kolbası xrom qarışığı ilə yuyulur, dəfələrlə adi su, sonra bir neçə dəfə distillə suyu ilə yaxalanır. Götürülən qıf təmiz, quru olmalı, kolbanın ağzına asanlıqla daxil olmalıdır. Standart maddə bükəsdə analitik tərəzidə çəkilir. Əvvəlcə hesablanmış kütləyə əsasən nümunəni çəkmək olar və ya hesablanmış kütləyə yaxın götürmək olar. Birinci halda məhlul dəqiq lazım olan qatılıqlı olur, ikinci halda isə dəqiq qatılıq hesablanır. Nümunə götürüldükdən sonra ehtiyatla qıfın köməyi ilə ölçü kolbasına yerləşdirilir. Bükəsdəki qalıqlar yuyucu vasitəsilə qıfı axıdılır, qıfın divarları və ucu yuyulur. Nəzarət etmək lazımdır ki, yuyulmaya sərf olunan su kolbanın yarısından çox olmasın. Ehtiyatlı dairəvi hərəkətlərlə kolba nümunə həll olana qədər qarışdırılır, üzərinə ölçü xəttinə qədər distillə suyu əlavə edilir. Kolba tıxacla kip bağlanır, məhlul 12-13 dəfə kolbanı çevirməklə qarışdırılır. Titri müəyyənləşən məhlullar təzə hazırlanmış olmalıdır.

İşçi məhlulun titrini təyin etmək üçün hazırlanmış məhlul bir neçə dəfə ayrılıqda pipetlə götürülür, titri məlum olan digər məhlulla titrlənir.



EKVİVALENT NÖQTƏSİNİN TƏYİNİ

Titrləmədə ekvivalent nöqtəsini təyin etmək üçün müxtəlif üsullardan istifadə olunur. Adətən, o, təyin olunan maddə - titrant sistemində görünən xarakter xassələrin kəskin dəyişməsinə əsasən vizual yolla təyin olunur. Bu məqsədlə indikatorlardan istifadə edilir. Vizual yolla təyin olunan bu cür xassə rəngin dəyişməsi, itməsi, çöküntünün əmələ gəlməsi, yaxud həll olması ola bilər.

Titrləmənin başa çatdığı an titrləmənin son nöqtəsi adlanır və ideal halda bu nöqtə ekvivalent nöqtəsi ilə üst-üstə düşməlidir. Həcmi analizdə yol verilən səhvlərdən asılı olaraq, adətən, titrləmənin son və ekvivalent nöqtələri bir-birindən müəyyən qədər fərqlənir. Bu fərqi yaranmasının ən mühüm səbəblərindən biri də indikatorun düzgün seçilməməsidir. Hər bir titrimetrik üsulun ayrıca indikatoru var.

Titrimetrik təyinatlarda ümumi göstərişlər

Bütün qablar xrom qarışığı və su ilə yuyulmalı, bir neçə dəfə distillə suyu ilə yaxalanmalıdır. Büret işçi məhlulla doldurulmamışdan əvvəl 2-3 dəfə elə həmin məhlulla yaxalanmalıdır. Büret qıf vasitəsilə doldurulur. Bu zaman nəzarət etmək lazımdır ki, büretin ucunda hava qabarcıqları olmasın. Titrlemək üçün hər hansı bir məhlulu götürmək üçün istifadə edilən pipet də həmin məhlulla əvvəlcədən iki dəfə yuyulur.

Titrənəcək məhlul konusvari kolbaya (Ellenmeyer kolbası) yerləşdirilir. Kolba elə ölçüdə götürülür ki, titrləmənin sonunda mayenin həcmi kolbanın həcmnin $\frac{1}{2}$ -dən çox olmasın. Büretin ucu kolbadan nə çox uzaq, nə də lap yaxın olmalıdır. Kolbanın altına ağ kağız qoyulur. Titrlemə zamanı büretin kranı və ya sıxıcı sol əllə tənzimlənir, kolba isə sağ əllə tutulur. Mayenin büretdən buraxılma sürəti 5-6 saniyədə 1 ml olmalı, qeydiyyat isə titrləmə qurtardıqdan 20 saniyə sonra aparılmalıdır. Titrlemə zamanı kolbadakı məhlulu dairəvi hərəkətlə qarışdırmaq gərəkdir.

Bir büret vasitəsilə bir neçə dəfə titrləmə aparılırsa, hər dəfə büret "0" xəttinə qədər doldurulmalıdır. Bir neçə paralel təyinat apararkən nəticələr yazılır və hesablama üçün orta qiymət götürülür. 25 ml və ya 50 ml-lik büretlərdən titrləmə zamanı paralel titrləmələr arasındakı fərq 0,1 ml olduqda düzgün hesab edilir. Fərq böyük olduqda titrləməni təkrar aparmaq lazım gəlir.

TİTRİMETRİK ANALİZDƏ HESABLAMALAR

Əgər məhlulun qatılığı normal qatılıqla ifadə olunarsa, titrləmədə $V_1N_1 = V_2N_2$ düsturundan istifadə olunur. Məsələn, NaOH işçi məhlulunun qatılığını təyin etmək üçün 0,1 N xlorid turşusu məhlulundan 10 ml götürülmüşdür, titrləməyə sərf olunan işçi məhlulun həcmi isə 11,3 ml-dir. İşçi məhlulun dəqiq normal qatılığı aşağıdakı kimi hesablanır:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{N_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}} = \frac{0,1 \cdot 10}{11,3} = 0,0885$$

İşçi məhlulun dəqiq normal qatılığını ifadə edərkən K düzəliş əmsalı tətbiq edilir. Bu əmsal məhlulun ehtimal olunan normal qatılığına vurduqda onun dəqiq qatılığını almaq olar. Məsələn, məhlulun təxmini qatılığı 0,1 N, K isə 0,945 olarsa, onda onun dəqiq qatılığı $0,1 \cdot 0,945 = 0,0945$ N olar. K-nın qiyməti titrimetrik yolla müəyyən edilən məhlulun qatılığını onun ehtimal olunan qatılığına olan nisbətə bərabərdir.

$$K = \frac{N}{N_0}$$

Burada N – təcrübi yolla dəqiq müəyyən edilmiş normal qatılıq, N_0 isə məhlulun ehtimal olunan normal qatılığıdır.

İşçi məhlul fiksəlin köməyi ilə və ya dəqiq çəkilmiş nümunədən hazırlanarsa, $K=1$ olar.

Məhlulun qatılığı titrlə ifadə olunduqda aşağıdakı düsturdan istifadə olunur:

$$T = \frac{E \cdot N}{1000} \quad \text{və ya} \quad T = \frac{m}{V}$$

Burada E – maddənin ekvivalent kütləsi, N – məhlulun normal qatılığı, m isə nümunənin kütləsidir.

Analitik laboratoriyalarda əksər hallarda işçi məhlulun qatılığı təyin olunacaq maddəyə görə titrlə, yəni 1 ml işçi məhlula uyğun gələn təyin olunacaq maddənin kütləsi ilə ifadə olunur:

$$T_{x/y} = \frac{N_x E_y}{1000}$$

Burada x – işçi məhlul, y – təyin olunan maddə, N_x – işçi məhlulun normal qatılığı, E_y isə təyin olunan maddənin ekvivalent kütləsidir.

Məsələn, AgNO_3 məhlulunun normal qatılığı 0,1020-dir, onun xlorə görə titri

$$T_{\text{AgNO}_3 / \text{Cl}} = \frac{0,1020 \cdot 35,45}{1000} = 0,003616 \text{ q/ml}$$

Titir 0,0001 dəqiqliklə hesablanır. Məhlulun təyin olunan maddəyə görə titrindən istifadə edərək təyin olunan maddənin kütləsini aşağıdakı düstura əsasən tapmaq olar:

$$P_y = V_x \cdot T_{x/y}$$

Burada P_y – təyin ediləcək maddənin kütləsi, q; V_x – titrləməyə sərf olunan işçi məhlulun həcmi, ml; $T_{x/y}$ isə təyin olunan maddəyə görə işçi məhlulun titri, q/ml.

Məsələn, xloridlə titrləməyə 8,20 ml AgNO_3 sərf edilmişsə, məhluldakı xlorun miqdarı nə qədər olar?

$$T_{\text{AgNO}_3 / \text{Cl}} = 0,003616, \quad P_{\text{Cl}} = T_{\text{AgNO}_3 / \text{Cl}} \cdot V_{\text{AgNO}_3} = 0,003616 \cdot 8,20 = 0,02965 \text{ q}$$

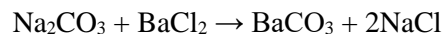
Müəyyən qatılıqlı məhlul hazırlamaq üçün nümunənin kütləsini aşağıdakı düsturla hesablamaq olar:

$$m = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000}$$

burada N – normal qatılıq, E – maddənin ekvivalent kütləsi, V isə məhlulun həcmidir.

0,1 N NaOH işçi məhlulunun hazırlanması. NaOH-ın verilən qatılıqlı məhlulunu bərk halda qələvinin hiqroskopik olması səbəbindən dəqiq götürülmüş nümunəyə əsasən hazırlamaq olmur, çünki nümunə çəkisi NaOH-ın həqiqi kütləsini əks etdirməyəcək. 45 q təmiz NaOH-i çini qaba qoyub 60 ml suda həll edilir. Natrium-karbonat çöküntüdə qalmaqla qələvi məhlulunu təmiz qaba tökürlər. Üzərinə 950 ml distillə suyu əlavə olunur. Alınan məhlul təxminən 1 N olacaq, 10 dəfə durulaşdırmaqla 0,1 N qələvi məhlulu alınacaq.

NaOH-in tərkibində Na_2CO_3 olmayan məhlulunun hazırlanmasının başqa üsulu var. 0,1 N məhlulun hazırlanması üçün hesablanmış kütlədən 5% artıq natrium-hidroksid tərzidə çəkilir. NaOH stəkana yerləşdirilir və karbonatların həll olması üçün iki dəfə az miqdar su ilə yaxalanır. Qalan natrium-hidroksid lazımı miqdarda suda həll edilir. Alınmış məhlula CO_3^{2-} ionlarını çökdürmək üçün bir neçə ml 2N BaCl_2 məhlulu əlavə olunur.



Çöküntü ayrılır, şəffaf məhlul əvvəlcədən hazırlanmış qaba tökülür. Bu və ya digər üsulla hazırlanmış NaOH məhlulunun havadan karbon qazını udmasından qorumaq lazımdır. Bunun üçün qabı natron əhənglə doldurulmuş uducu borusu olan tıxacla bağlayırlar.

Qələvi məhlulunun 0,1 N xlorid turşusuna görə titrinin müəyyən edilməsi

İlkin məhlul olaraq fiksandalan hazırlanmış 0,1 N xlorid turşusu götürülür. Təyinat iki indikatorla, metiloranj və fenolftaleinlə aparılır.

Fenolftaleinlə təyinat. Hazırlanmış qələvi həcmi 25 ml olan büretə tökülür. 250 ml-lik iki konusvari kolbaya (Erlenmeyer kolbası) pipet vasitəsilə hər birinə 10 ml olmaqla 0,1 N xlorid turşusu tökülür. Məhlul 20-30 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır, üzərinə 2 damcı fenolftalein tökülərək 30 saniyə ərzində itməyən açıq-çəhrayı rəng alınana qədər qələvi məhlul ilə titrlənir. Titrləmə 2-3 uyğun nəticə alınana qədər davam etdirilir.

Titrləmənin nəticəsi qeyd edilir, qələvinin dəqiq qatılığı və gələcəkdə müəyyən ediləcək turşuya görə titri hesablanır.

Nəticələrin yazılış qaydası.

$$V_{\text{HCl}} = 10 \text{ ml}$$

$$N_{\text{HCl}} = 0,1 \text{ N}$$

$$V'(\text{NaOH}) = 10,70 \text{ ml}$$

$$V''(\text{NaOH}) = 10,76 \text{ ml}$$

$$V(\text{NaOH})_{\text{orta}} = 10,73 \text{ ml}$$

$$N(\text{NaOH}) = \frac{V_{\text{HCl}} N_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}} = 0,0932$$

$$T_{\text{NaOH}} = \frac{N_{\text{NaOH}} E_{\text{HCl}}}{1000} = \frac{0,0932 \cdot 36,5}{1000} = 0,003499 \text{ q/l}$$

Metiloranjla titrləmə. Metiloranj istifadə etməklə titrləmədə müqayisə üçün əlavə məhlul götürülür. Belə məhlul olaraq 0,1 N NaCl məhlulu və su götürülür. İki konusvari kolbaya (Erlenmeyer kolbası) pipet vasitəsilə 10 ml 0,1 N HCl məhlulu tökülür. Üçüncü müqayisə üçün götürülən kolbaya titrlənmənin sonunda alınan məhlulun həcminə bərabər məhlul tökülür. Hər üç məhlula 3-4 damcı metiloranj əlavə edilir. Titrləmə qələvi məhlulunun rənginə bənzər rəng alınana qədər aparılır.

Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

H⁺ ionlarını birləşdirmək üçün titrləmənin əvvəlində titrlənən məhlula bufer məhlul əlavə edilir.

Bir çox kationların (Ca²⁺, Mg²⁺ və s.) təyində NH₄Cl + NH₄OH (pH 8,0-10,0) bufer qarışığı tətbiq edilir. Məhlulun pH -1 10-dan böyük olmamalıdır, əks halda metal-hidroksid çöküntüsü ayrılır. Mg²⁺ və Ca²⁺ təyində pH-ın optimal qiyməti 9,0-a yaxın olmalıdır. Bəzi kationların titrləməsində CH₃COOH+CH₃COONa (pH~6,0) bufer qarışığından istifadə olunur.

Kompleksonometrik indikatorlar - təyin olunan metal ionlarının qatılığının dəyişməsinə reaksiya verir. İki qrup indikatorlar var: spesifik (xüsusi) və metalxrom indikatorlar.

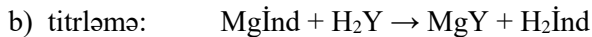
Spesifik indikatorlar yalnız müəyyən metalların təyində istifadə olunur. Belə ki, Fe³⁺ ionlarını pH=2,0 qiymətində kompleks III təyin edilir, indikator kimi Fe³⁺ -lə rəngli maddələr əmələ gətirən, məsələn, kalium –rodanid, natrium-salisilat tətbiq olunur.

Metal-xrom indikatorların (metalindikatorlar) əksəriyyəti rəngli olan və müxtəlif metal ionları ilə rəngli birləşmələr əmələ gətirən üzvi birləşmələrdir. Praktikada bu indikatorlar daha çox tətbiq edilir. Metal indikatorlar müəyyən pH-da bu və ya digər rəngdə olur, bir çox metallarla kompleks birləşmələr əmələ gətirərək başqa rəngə keçir. Məhlula əlavə olunan metal indikator metalla birləşmə əmələ gətirərək məhlulu müəyyən rəngə boyayır. Müəyyən olunan kationu kompleksion məhlulu ilə titrləyərkən ekvivalent nöqtəsində kationun indikatorlarla əmələ gətirdiyi birləşmə tamamilə parçalanır və kationun hamısı kompleksionla birləşir. Təmiz halda metal-indikator müəyyən rəngdədir, titrləmənin sonunda rəng dəyişir. Indikatorun metal ionlar ilə əmələ gətirdikləri komplekslərin davamlılığı metalın kompleksion-III ilə əmələ gətirdiyi komplekslərdən az olmalıdır. Metal-indikatorunun tətbiqinin əsas şərti budur.

Əgər EDTA-nın tamamilə deprotonlaşdırılmış anionu Y, deprotonlaşdırılmış indikator anionu isə İnd ilə işarə etsək, metalindikator ilə gedən titrləmə prosesini aşağıdakı kimi göstərmək olar:



qırmızı



göy

Ən çox tətbiq edilən indikator pH-ın 8,0-10,0 qiymətində (ammonium bufer qarışığının iştirakında) erioxrom qara T-dir (xromogen qara E1-00 da adlandırılır). pH-ın bu intervalda indikatorun öz rəngi göy yaşılcaaldır, bir çox metallarla (Mg, Ca, Zn, Pb və s.) tünd-qırmızı rəngli komplekslər əmələ gətirir. Bu indikatorun çatışmayan cəhəti onun davamsız olmasıdır. Məhlul on sutkadan artıq qaldıqdan sonra yararlığını itirir. Bu indikatorla titrləmə apararkən titrləmə nöqtəsində rəng göy-yaşılımla keçir.

Geniş tətbiq edilən indikatorlardan biri də tünd-göy –xromogendir. Bu indikator pH-ın 8,0-10,0 qiymətlər intervalında göy rəngdə, bəzi metalların ionları ilə əmələ gətirdiyi komplekslərində isə çəhrayı rəngdə olur. Bu indikator məhlulları daha davamlıdır və bir aydan artıq saxlanıla bilər.

Mureksid (purpur turşusunun ammonium duzu) adlanan metal-indikator da məlumdur. Bu indikator suda pis həll olur, məhlulu davamsızdır, ona görə də iş üçün mureksidin natrium-xloridlə 1:100 nisbətində quru qarışığı tətbiq olunur. Titrləmənin sonunda rəng qırmızından bənövşəyiyə keçir.

Kompleksonometrik metodla fərdi maddələr – duzlar (kation və anionlar), eləcə də duzların qarışığı təyin oluna bilər.

Fərdi maddələrin təyini. Kationların təyini (birvalentlilər istisna olmaqla, onlar bilavasitə təyin olunmur) düzünə və əksinə titrləmə ilə yerinə yetirilir.

Düzünə titrləmə - kifayət qədər sürətlə metal kompleksionatın əmələgəlməsi ilə, əlavə reaksiyalar getmədən, indikatorun kəskin keçidi ilə aparılır. Düzünə titrləmədə təyin olunan kationlar birbaşa trilon-B ilə uyğun indikatorla titrlənir. Zn²⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Ba²⁺, Cd²⁺ və s. ionları pH 8,0-10,0 intervalında erioxrom qara T və ya tünd-göy xromogen indikatoru ilə təyin olunur.

Əksinə titrləmə - düzünə titrləməni yerinə yetirmək üçün şərtlərdən birinə əməl etmək mümkün olmadıqda aparılır. Əks titrləmədə təyin olunan məhlula trilon B-nin artıq miqdarı əlavə edilir və trilon B-nin artıq miqdarı başqa titri məlum olan metalın məhlulu ilə titrlənir. Məsələn, trilon B ilə yavaş reaksiyaya daxil olan alüminiumu təyin etmək üçün analiz olunan məhlula həcmi dəqiq ölçülmüş trilon B məhlulunun artıq miqdarı əlavə olunur, kompleksəmələgəlməni sürətləndirmək məqsədilə qaynayana qədər qızdırılır, soyuq halda trilon B-nin artığı pH 8,0-10,0 –da erioxrom qara T və ya tünd göy xromogen indikatoru istifadə etməklə ZnSO₄ və MgSO₄ məhlulu ilə titrlənir.

Anionların təyini. Anionları təyin etmək üçün dolaylı titrləmədən istifadə olunur. Kompleksonat əmələ gətirə bilən metal ionları ilə reaksiyaya daxil olan anionları bu üsulla təyin edilə bilər. Məsələn, PO₄³⁻ ionunu çətin həll olan MgNH₄PO₄ şəklində çökdürülür, xlorid turşusunda həll edilir, trilon B-nin artıq miqdarı əlavə edilir, pH 8,0-10,0 intervalında MgSO₄ məhlulu ilə titrlənir. PO₄³⁻ ionunu ona birləşən Mg²⁺-nin miqdarına görə təyin edirlər. SO₄²⁻ ionunu da bu yolla təyin etmək olar. Bu ionu BaCl₂-in artıq miqdarını əlavə etməklə çökdürülür, SO₄²⁻ ionu ilə birləşməmiş Ba²⁺ ionlarını isə trilon-B ilə titrlənir.

Maddələr qarışığının təyini iki üsulla mümkündür.

1. *Analiz olunan məhlulun pH-nın tənzimlənməsi.* Bəzi kationları (məsələn, Al^{3+}) pH-ın geniş diapazonunda, digər kationları (məsələn, Mg^{2+}) dar diapazonda təyin olunmasına əsaslanan metoddur.

Analiz olunan məhlulun pH-nı dəyişərək müxtəlif indikatorlar tətbiq etməklə ardıcılıqla kationlar təyin olunur. Bu metod o zaman tətbiq edilir ki, kompleksionatların davamsızlıq sabitləri bir-birindən fərqlənsin. Metod nisbətən az tətbiq edilir.

2. *Təyin olunan kationlardan biri ilə kompleksion III-dən davamlı pərdələyici kompleks maddələrin tətbiqi.* Kationları pərdələmək üçün kalsium-sianid, trietanolamin, natrium-dietilditiokarbonat və s. istifadə olunur.

Trilon-B vasitəsilə suyun ümumi codluğu (suda Ca^{2+} və Mg^{2+} miqdarı) təyin olunur.

Kompleksonometrik metodla təyin. Ammonium bufer qarışığının hazırlanması – 100 ml 20% NH_4Cl 100 ml 20% NH_4OH məhlullarını qarışdırıb 1 litr həcmə qədər distillə edilmiş su ilə durulaşdırılır.

İndikatorların hazırlanması a) 0,5 q qara erioxrom T 10 ml ammonium bufer qarışığında həll edilir və etil spirti ilə 100 ml həcmə qədər durulaşdırılır. Məhlul 10 sutka yararlıdır. b) 0,5 q tünd-göy xromogen 10 ml bufer qarışıqda həll edilir, 100 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Məhlulun saxlanma müddəti 30-40 sutkadır

0,05 N kompleksion III (trilon B) məhlulunun hazırlanması. Trilon B ilkin standart maddələrə qoyulan tələblərə cavab verir və ona görə də dəqiq nümunə çəkisinə görə onun məhlulunu hazırlamaq olar. Trilon B-nin ekvivalent kütləsi 372,24: 2=186,12 q –dır.

Məhlul üçün nümunənin kütləsi formula əsasən hesablanır:

$$g = \frac{N \cdot V_k \cdot E}{1000}$$

burada N – məhlulun normal qatılığı, V_k – ölçü kolbasının həcmi, E isə trilon-B-nin ekvivalent kütləsidir.

Trilon B məhlulu digər dəqiq qatılıqlı məhlullar kimi hazırlanır. Əgər məhlul təqribi qatılıqlı hazırlanırsa, onun titri titrimetrik yolla təyin edilir. İlkin maddə olaraq $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ tətbiq edilə bilər. Pipet vasitəsilə hazırlanmış məhluldan 15 ml götürülür, su ilə durulaşdırılır, 15 ml ammoniyak məhlulu, bir az quru indikator əlavə edilir və trilon B məhlulu ilə qırmızı rəng göy rəngə keçənə qədər titrlənir. Trilon B məhlulunun normal qatılığı ekvivalentlər qanununa əsasən hesablanır:

$$N_{trB} \cdot V_{trB} = N_{MgSO_4} \cdot V_{MgSO_4}$$

Kalsiumun təyini. 500 mq $CaCl_2 \cdot 6H_2O$ tərəzidə çəkilib, 100 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir, distillə suyunda həll edilərək ölçü xəttinə qədər durulaşdırılır. Alınan məhluldan pipet vasitəsilə 10 ml götürərək konusvari kolbaya tökülür, 70-80 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır, 5 ml ammoniyak bufer qarışığı və 5 damcı indikator əlavə olunur. Alınan məhlulu, indikator kimi erioxrom qara istifadə olunarsa, qırmızı-çaxırı rəngdən göy rəngə keçənə qədər trilon B ilə titrlənir. Titrlemənin sonuna yaxın trilon-B məhlulunu ehtiyatla damcı-damcı əlavə etmək lazımdır. Məhlulun qırmızı çaları tamamilə itərək yaşılaxalan göy rəngli olmalıdır. Əgər indikator olaraq tünd göy xromogen götürülsə, məhlulun çəhrayı rəngi göy rəngə keçir. Titrlemiş məhlulda kalsiumun kütləsi formula əsasən hesablanır:

$$m_{Ca} = T_{tril/Ca} \cdot V_{tril}$$

Misin məhlulda təyini. 100 ml-lik ölçü kolbasında analiz olunan misin məhlulu distillə suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırılır, qarışdırılaraq pipet vasitəsilə 15 ml məhlul titrləmə kolbasına tökülür, üzərinə quru mureksid indikatoru əlavə edərək qırmızı rəng alınana qədər trilon B məhlulu ilə titrlənir. Sonra məhlul sarı, yaxud yaşılaxalan sarı rəngə boyanana qədər üzərinə damcı-damcı 2 N ammoniyak məhlulu əlavə edilir. Titrlemə parlaq bənövşəyi rəng alınana qədər yenidən davam etdirilir. Mis məhlulunun normallığı və misin qramlarla miqdarı titrləmənin nəticələrinə əsasən hesablanır.

Suyun ümumi codluğunun təyini. İndikator kimi xromogen qaradan istifadə edilir. Titrlemə prosesi əvvəldə göstərilən təyinatlara analoji qaydada aparılır. Analiz olunan su titrləmək üçün titrləmə kolbasına tökülür, üzərinə indikator və ammonium bufer qarışığı əlavə edilir. Məhlulun rəngi qırmızıdan göyə keçənə qədər trilon B-nin standart məhlulu ilə titrlənir.

Suyun ümumi codluğu sərf olunan trilon B-nin həcminə əsasən aşağıdakı formoldan istifadə etməklə hesablanır:

$$C_{üm} = \frac{V_{trB} \cdot N_{trB} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \text{ (mq·ekv/l)}$$

Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

13 | OKSIDLƏŞMƏ-REDUKSIYA METODLARI

(OKSIDİMETRİYA)

MADDƏLƏR VƏ CİHAZLAR

- KMnO_4
- $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- H_2SO_4
- $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- tərəzi
- büret
- pipet
- kolbalar

Oksidimetriya oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarına əsaslanır. Oksidləşdiricilərin titrli məhlulları vasitəsilə reduksiyaediciyə miqdarı, titrli reduksiyaedici məhlullar vasitəsilə oksidləşdiricilərin miqdarı müəyyən olunur.

Oksidimetriya bir neçə metodlara ayırılmalıdır: permanqanometriya, yodometriya, xromatometriya, bromatometriya və s.

İon-mübadilə reaksiyalarından fərqli olaraq oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarının gedişi daha mürəkkəbdir. Oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarının əsas xüsusiyyətləri aşağıdakılardır:

1. Bir çox reaksiyalarda oksidləşdirici və reduksiyaedicinin qarşılıqlı təsirindən əlavə digər maddələr də reaksiyaya daxil olur (məsələn, turşular və qələvilər)
2. Reaksiyalar bir neçə mərhələdə baş verir və mərhələlərin getmə sürəti müxtəlifdir.
3. Oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarının sürəti ion-mübadilə reaksiyalarının sürətindən azdır, ion-mübadilə reaksiyaları bir anda baş verdiyi halda, oksidləşmə-reduksiya reaksiyaları müəyyən vaxt və reaksiyanın sona qədər getməsi üçün müəyyən şərait tələb edir.
4. Eyni ilkin maddələr götürüldükdə belə, reaksiya müxtəlif istiqamətlərdə gedə bilər. Bundan əlavə, reaksiya prosesində əmələ gələn maddələr reaksiyanın gedişinə təsir göstərir.

Titrləmədə istifadə olunan reaksiyalara qoyulan tələbat oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarında da ödənilməlidir. Bir çox oksidləşmə-reduksiya reaksiyaları kifayət qədər sürətlə getmir. Ona görə də onu çox vaxt tezləşdirirlər. Bu məqsədlə reaksiyaya girən maddələrin qatılığını, temperaturunu artırır, məhlulun pH-nı dəyişir və katalizator tətbiq edilir.

Maddənin təbiətini nəzərə alaraq hər bir təyinat üçün kifayət edən sürəti əldə etmək üçün şərait yaradılır

Oksidimetriya metodlarında tətbiq edilən indikatorlar müxtəlifdir. Əksər hallarda bu özləri oksidləşdirici və ya reduksiyaedici olan üzvi maddələrdir. *Redoks-indikator* adlanan bu indikatorlar oksidləşdirici formadan reduksiyaedici formaya asanlıqla keçir və bu formalar müxtəlif rəngə malikdir.

Məsələn, difenilaminin oksidləşmiş forması göy-bənövşəyi, reduksiya olunmuş forması rəngsizdir. Bundan əlavə, bəzi reaksiyaların spesifik indikatorları – titrləmədə iştirak edən maddələrin biri ilə rəngin dəyişməsi ilə nəticələnən qarşılıqlı təsirdə olan maddələr var. Məsələn, belə indikatorlardan biri nişastadır. O yodla göy rəngli adsorbsion birləşmə əmələ gətirir.

Bəzi hallarda titrləmə indikatorsuz aparılır. Bu o zaman mümkün olur ki, işçi məhlul kifayət qədər rəngli olsun və reaksiya nəticəsində rəngini dəyişsin. Məsələn, tünd bənövşəyi rəngdə olan kalium-permanqanatla titrləməni göstərmək olar.

Oksidimetrik metodlardan klinik, sanitar-gigiyenik və digər analizlərdə geniş istifadə edilir. Permanqanatometrik metodla qanda kalsiumu təyin edirlər. Bu metodla həmçinin suyun oksidləşdiricilik qabiliyyəti, yəni çirkab sulardakı üzvi maddələrin oksidləşməsinə sərf olunan KMnO_4 -in miqdarı təyin olunur.

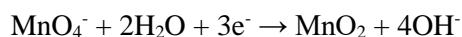
Yodometriya qanda şəkərin, suda sərbəst xlorun, xlorlu əhəngdə fəal xlorun təyini üçün tətbiq edilir.

Permanqanometriya. İşçi məhlul kimi KMnO_4 məhlulu tətbiq edilən titrimetrik metod permanqanometriya adlanır. KMnO_4 güclü oksidləşdiricidir.

Mühitdən asılı olaraq KMnO_4 -in reduksiyası zamanı müxtəlif məhsullar alınır. Turş mühitdə MnO_4^- ionları rəngsiz Mn^{2+} ionlarına qədər reduksiya olunur:



Zəif turş, neytral mühitlərdə MnO_4^- ionları manqanın tünd bənövşəyi rəngli manqan dioksid şəklində reduksiya olunaraq çökür:



Tünd çöküntünün əmələ gəlməsi reaksiyanın sonunu müəyyən etməyi çətinləşdirir, ona görə də turşunun artığını əlavə etməklə titrləməni turş mühitdə aparırlar. Digər tərəfdən, turş mühitdə KMnO_4 – in oksidləşdirici fəallığı əsasi və neytral mühitlərdəkindən yüksəkdir. Turşulaşdırmaq üçün yalnız sulfat turşusu tətbiq olunur. Xlorid turşusunu bu məqsədlə istifadə etmək olmaz, çünki o KMnO_4 ilə oksidləşmə-reduksiya reaksiyasına daxil olur və ona işçi məhlul sərf olunaraq səhv nəticələr verir. Oksidləşdirici olan nitrat turşusu oksidimetriyada turşulaşdırmaq üçün istifadə olunmur.

MnO_4^- ionu məhlulda bənövşəyi rəng verir. Titrləmədə rəng itir. Məhlulda reduksiyaedici qalmadıqda sonuncu KMnO_4 məhlulu damcısı əlavə olunduqda məhlul çəhrayı rəngə boyanır. Beləliklə, bu metodda ekvivalent nöqtəsi işçi məhlulun rənginə görə müəyyən edilir və indikator tələb olunmur.

Bəzi hallarda kalium-permanqanat ilə oksidləşmə reaksiyaları yavaş gedir. Ona görə də titrləmə qaynayana qədər qızdırılmış məhlulda aparılır. Reaksiya katalizator rolunu oynayan Mn^{2+} ionlarının təsiri ilə də sürətlənir. Mn^{2+} ionları titrləmə prosesində əmələ gəlir (avtokataliz), ona görə də əlavə olaraq katalizator tələb olunmur.

KMnO_4 –in titrli məhlulunu dəqiq çəki nümunəsinə görə hazırlamaq mümkün deyil. Bu onunla izah olunur ki, KMnO_4 –də həmişə qarışıqlar (ən çox MnO_2) olur. Bundan əlavə o suda olan üzvi maddələrin təsiri ilə asanlıqla reduksiya olunur. Nəticədə, KMnO_4 məhlulunun qatılığı hazırladıqdan bir qədər sonra verilmiş qatılıqdan az olur. Yuxarıdakıları nəzərə alaraq KMnO_4 –in təxmini qatılıqlı məhlulu hazırlanır və titri müəyyənləşdirilir.

KMnO_4 -in titrinin müəyyənləşdirilməsi üçün ilkin maddə olaraq oksalat turşusu ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) götürülür. Titrləmə zamanı aşağıdakı reaksiya gedir:



Permanqanometriya ən çox ikivalentli dəmir duzlarının, kalsiumu (oksalat duzu şəklində), oksalat turşusunu, misi (İ), hidrogen-peroksidi analiz etmək üçün tətbiq etmək olar. Permanqanometriya oksidləşdiricilərin təyində istifadə edilir. Bu halda əks titrləmə aparılır. Təyin olunacaq maddə məhlulu üzərinə dəqiq ölçülmüş artıq miqdarda reduksiyaedici əlavə olunur. Sonra artıq miqdar KMnO_4 məhlulu ilə titrlənir.

Permanqanometrik təyinat

KMnO_4 işçi məhlulunun hazırlanması. Turş mühitdə oksidləşmə-reduksiya reaksiyaları üçün ekvivalent kütlə

$$E_{\text{KMnO}_4} = 158,03:5 = 31,61 \text{ q/mol olur.}$$

Qeyd edildiy kimi, KMnO_4 ilkin standart nümunəyə verilən tələbləri ödəmədiyindən təxmini qatılıqlı məhlul hazırlanır. Texniki tərzəidə 3,16 q maddə çəkərək 1 litr olana qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Hazırlanmış təxmini 0,1N məhlul tünd şüşəli qaba yerləşdirilərək qaranlıq yerdə 7 gün

saxlanılır. Sonra məhlul ehtiyatla başqa tünd rəngli qaba keçirilərək titri müəyyənləşdirilir. Əgər 7-10 gün əvvəl titr müəyyənləşməyibsə, bu müddətdən sonra onu tez-tez yoxlamağa ehtiyac yoxdur.

Oksalat turşusu məhlulunun hazırlanması. İlk maddə olaraq təkrar kristallaşdırılmış və kalsium-xlorid üzərində qurudulmuş 0,6304 q götürülmüş $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ –oksalat turşusudur. Saat şüşəsində tərəzidə çəkilmiş maddə 100 ml-lik kolbaya keçirilir. Ölçü xəttinə qədər su ilə qarışdırılaraq durulaşdırılır. Alınan məhlul dəqiq 0,1N-dır.

KMnO₄ məhlulunun titrinin təyini. 10 ml hazırlanmış oksalat turşusu məhlulu 250 ml həcmli konusvari kolbaya tökülür, üzərinə 50 ml su və 15 ml durulaşdırılmış (1:8) H_2SO_4 tökülür. Alınan məhlul 80-90°C-yə qədər qızdırılır (oksalat turşusu parçalandığından qaynatmaq olmaz). Büret “O” bölgüsünə qədər KMnO_4 ilə doldurulur. Meniskin aşağı sərhəd xətti pis göründüyündən, bütün hesablamalar yuxarı xətlə aparılır. KMnO_4 məhlulu ilə işçi məhlulun titrlənməsi itməyən açıq çəhrayı rəngin əmələ gəlməsi ilə başa çatır. Titrləmə boyu məhlulu fasiləsiz qarışdırmaq tələb olunur. Titrləmənin sonuna yaxın məhlulun temperaturu 60°C-dən aşağı olmamalıdır. Titrləməni 3 dəfə təkrar edərək nəticəyə əsasən KMnO_4 –in titrini hesablayırlar.

Laboratoriyada ilk maddə olaraq oksalat turşusundan başqa onun ammonium duzu da götürülür.

Nümunənin hesablanması. Nümunə götürərkən hesab edilir ki, titrlənməyə təxminən 10 ml-dən 20 ml-dək KMnO_4 sərf olunacaqdır. Maddələr ekvivalent miqdarda qarşılıqlı təsirdə olduğundan, titrləmə zamanı 15 ml 0,1N KMnO_4 məhlulunu, yəni 1 q.ekv KMnO_4 -ı titrləmək üçün 1 q.ekv. duz götürmək lazımdır. Tərəzidə çəkilmiş $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ kolbaya tökülür, üzərinə 10-15 ml distillə suyu əlavə edilir.

Titrləmə: Büret kalium-permanqanat məhlulu ilə doldurulur. Titrləmə kolbasına pipet vasitəsilə 10-15 ml duz məhlulu və 10 ml 2N H_2SO_4 məhlulu əlavə edilir. Məhlul qarışdırılaraq 70-80°C-yə qədər qızdırılır (duzun parçalanması səbəbindən qaynatmaq olmaz). Titrləmə yavaş-yavaş isti oksalat duzu məhluluna damcı-damcı KMnO_4 məhlulu əlavə etməklə aparılır. Hər bir damcı əvvəlki damcının rəngi itdikdən sonra əlavə edilir. İlk damcı çox yavaş əlavə edilir. Çünki əmələ gələn az miqdar Mn^{2+} ionu sonrakı titrləmə üçün katalizator rolunu oynayır. Tutqun-çəhrayı rəngin əmələ gəlib itmədiyini an titrləmənin sonunu göstərir. KMnO_4 –in titri aşağıdakı kimi hesablanır:

$$\begin{array}{ccc} E_{\text{KMnO}_4} & \text{—————} & E_{(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4} \\ T_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} & \text{—————} & T_{(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4} \end{array}$$

$$T_{\text{KMnO}_4} = \frac{E_{\text{KMnO}_4} \cdot T_{(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4}}{E_{(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4}}$$

Titrləmə üçün quru oksalat duzu götürülsə, hesablamada onun titrinin həcminə hasili nümunə çəkisi (m) ilə əvəz edilir. Hesablama zamanı alınmış qiymətlər bir-birindən 0,0005-dən çox fərqlənməməlidir. KMnO_4 –in titrini bilməklə onun normallığını hesablamaq olar.

Permanqanometrik metodla Mor duzunda dəmirin təyini

$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ($M_r = 392,15$) ikiqat duzu Mor duzu adlandırılır. Kalium permanqatla ikivalentli dəmir duzu arasında reaksiya aşağıdakı tənlik üzrə gedir:



Mor duzunun tərəzidə çəkilmiş (təqribən 4 q) nümunə çəkisini 100 ml-lik ölçü kolbasına yerləşdirir, distillə suyunda həll edir, üzərinə 5 ml H_2SO_4 (1:8) əlavə edərək ölçü xəttinə qədər durulaşdıraraq qarışdırırlar. Pipet vasitəsilə bu məhluldan 10 ml götürərək 250 ml-lik konusvari kolbaya tökülür, üzərinə 10 ml H_2SO_4 (1:8) əlavə edərək KMnO_4 ilə titrlənir.

Titrləmə KMnO_4 məhlulunun təsirindən tutqun çəhrayı rəng alınana qədər aparılır. Mor duzu məhlulunun titrlənməsi soyuq mühitdə aparılır: çünki ikivalentli dəmir qızdırıldıqda asanlıqla havanın oksigeni ilə oksidləşir.

Hesabat vərəqi

Tələbə:
Laboratoriya:

Müəllim:
Tarix:

İmza:

İşin adı:

Yerinə yetirilən təcrübələr:

