

R.Ə.Əliyeva, S.R.Hacıyeva
F.M.Çıraqov, Z.A.Məmmədov

NEFT-KİMYA SƏNAYESİNDƏ İSTİFADƏ OLUNAN KİMYƏVİ ANALİZ METODLARI

I hissə

BAKI – «ELM» – 2012

Rəyçilər:

M.R.Bayramov
*BDU-nun kafedra müdiri, kimya
elmləri doktoru, professor*

X.C.Nağıyev
BDU-nun dosenti

K.Qurbanov
*“Etilen-Polietilen” zavodunun keyfiyyətə nəzarət
laboratoriyasının rəisi, kimya elmləri namizədi*

Ə.Y.Yusubov
*“Azərsu” ASC-nin texnoloji prosesləri və suyun
keyfiyyətinə nəzarət şöbəsinin rəisi-baş texnoloq,
kimya elmləri namizədi*

A.İ.Məmmədov
*Heydər Əliyev adına Bakı Neftayırma
zavodunun keyfiyyətə nəzarət laboratoriyasının,
8 saylı sexin rəisi, kimya elmləri namizədi*

R.Ə.Əliyeva, S.R.Hacıyeva, F.M.Çıraqov, Z.A.Məmmədov. Neft-kimya sənayesində istifadə olunan kimyəvi analiz metodları. I hissə. Bakı: “Elm”, 2012, 332 səh.

ISBN 978-9952-453-43-0

“Neft-kimya sənayesində istifadə olunan kimyəvi analiz metodları” adlı bu kitab iki hissədən ibarətdir. Hər iki hissədə qravimetrik, titrimetrik, kulonometrik, fotometrik və s. metodlar haqqında anlayış, onlardan necə faydalanmaq lazım olduğu göstərilir.

Müasir dövrdə tibbdə, kənd təsərrüfatında, metallurgiyada, ərzaq məhsulları istehsalında, ətraf mühitin qorunmasında, neft-kimya sənayesinin istehsal sahələrində kimyaçı analitikdən yüksək dərəcədə keyfiyyətə nəzarət tələb olunur ki, bazar iqtisadiyyatı şəraitində rəqabətə davam gətirə bilsin. Ona görə kitabda neft-kimya sənayesində istehsal prosesində və ətraf mühitin qorunmasında lazım olan ən vacib analiz metodlarına daha geniş yer ayrılmışdır.

Kitab ixtisaslı kadrlar üçün nəzərdə tutulmuşdur.

655(07) – 2012

© «Elm» nəşriyyatı, 2012

GİRİŞ

Analiz metodunu seçərkən analizin məqsədini, bu zaman həll edilməli olan məsələni dəqiq bilmək, əldə olunan analiz metodlarının üstün və çatışmayan cəhətlərini qiymətləndirmək lazımdır.

Bu və ya digər analizin metodunu seçərkən lazım olan amillərə baxmadan əvvəl, metod və metodika anlayışını müzakirə edək. *Metod* - təyin olunan maddədən və konkret obyektədən asılı olmayaraq, analizin əsasını təşkil edən prinsiplər məcmusudur; *metodika* – konkret obyektə aparılan analizin bütün şərt və əməliyyatlarının ətraflı yazılışdır. Məsələn, qravimetrik analiz metodunun əsasını tərkibində təyin olunan komponent (qismən itirilmiş) saxlayan birləşmənin kütləsinin təyini təşkil edir. Komponentin qravimetrik təyini metodikasına aiddir: bu az həll olan birləşmənin çökmə şəraitinin izahı, çöküntünün məhluldan ayrılması üsulu, çökdürülmüş maddənin çəki üçün uyğun formaya keçirilməsi və s. Konkret obyektə komponentin təyini zamanı metodikaya nümunənin götürülməsi və onun analizə hazırlanması əməliyyatları da daxil edilir (məsələn, nümunənin uyğun həlledicidə həll edilməsi və təyinatə mane olan maddələrin təsirinin kənarlaşdırılması). Metod və metodikanı seçərkən diqqət yetirilməli olan əsas amilləri nəzərdən keçirək.

Komponentin miqdarı. Analizin metodunu seçərkən müəyyən edilən və ya təyin edilən komponentin gözlənilən miqdarını nəzərə almaq lazımdır. Bu zaman yalnız nümunədə komponentin %-lə miqdarını, analiz olunan məhlulda onun qatılığını qiymətləndirmək yox, həm də analiz üçün götürülən maddənin miqdarını bilmək vacibdir. Beləliklə, analiz metodunun seçilməsi komponentin mütləq miqdarı ilə şərtlənir.

Analizə təqdim olunan təyin olunan komponentin qatılığı və nümunənin miqdarı geniş intervalda, dəyişə bilər. Belə ki, mis, nikel, xromun miqdarı öz ərintilərində onlarla faiz, minerallarda, filizlərdə, başqa metalların ərintilərində isə onda bir, yüzdə bir faiz ola bilər. Hazırda bu metalların miqdarını bitkilərdə, canlı orqanizmlərdə $n \cdot 10^{-7}$ – $n \cdot 10^{-5}$ % intervalında, xüsusi təmiz maddələrdə isə $n \cdot 10^{-8}$ – $n \cdot 10^{-6}$ % intervalında təyin etmək lazımdır. Analiz üçün götürülən nümunənin miqdarına bir halda hədd qoyulmur, digər halda isə (minerallarda izlərin təyini, qanın, biokütlənin, kosmik obyektlərin və s. analizi) onun miqdarı çox kiçik olur (milliqramlar və ya milliqramın hissələri qədər).

Metod və ya metodikanın *həssaslığı* verilən metod və metodika ilə maddənin müəyyən və ya təyin edilə bilən minimum miqdarı ilə xarakterizə olunur.

Kimyaçı müxtəlif metodların həssaslığını müqayisə edərək və nümunədə komponentin təxmini miqdarını qiymətləndirərək bu və ya digər analiz metodunu seçir. Məsələn, silikat suxurlarında natriumun miqdarını təyin etmək üçün natriumun milliqramlarla və ya daha çox miqdarını təyin etməyə imkan verən qravimetrik metoddan istifadə olunur. Bu elementin bitkilərdə və heyvan mənşəli bioloji nümunələrdə mikroqramlarla miqdarını təyin etmək üçün alov fotometriya metodundan istifadə edilir. Xüsusi təmizlikli suda natriumun təyini üçün (nano və pikoqramlarla) lazer spektroskopiyaya metodundan istifadə edilir.

Metodun seçiciliyi. Hazırda müxtəlif obyektlərdə sənaye və kənd təsərrüfatı məhsullarında, ətraf mühit obyektlərində, kosmik obyektlərdə, süni məhsullarda və s. analiz aparılır. Təbiidir ki, analiz metod və metodikasını seçərkən təkcə analizin tapşırığı deyil, həm də nümunənin xassə və xüsusiyyətlərini də nəzərə almaq lazımdır. Analiz olunan obyektin fiziki xassələrini nəzərə almaq lazımdır: aqreqat halı, uçuculuğu, hiqroskopikliyi, mexaniki möhkəmliyi və s. Nümunənin kimyəvi xassəsi analiz metodunun seçilməsində əsas amildir. Bu zaman aşağıdakıları bilmək və nəzərə almaq vacibdir: çox vaxt matrisa adlandırılan nümunənin əsasının kimyəvi xassəsi; nümunənin vəsfi kimyəvi tərkibi; təyin olunan komponentin və ona mane olan qarışıqların kimyəvi xassəsi.

Analiz olunan obyektin əsas və digər komponentlərin xassələrini bilmək, mümkün xətalara qiymətləndirərək daha *seçici metod* seçilir. Bu metodun köməyi ilə verilmiş şəraitdə lazımi komponentləri digər iştirak edən komponentlərin maneçiliyi olmadan müəyyən etmək və ya təyin etmək olar. Kimyəvi ədəbiyyatda «seçicilik» termini ilə yanaşı «spesifiklik» termini də istifadə olunur. Əgər metod və ya metodika yalnız bir komponenti müəyyən etməyə və ya təmin etməyə imkan verirsə, onda onları *spesifik* adlandırırlar.

Metodun, metodikanın və komponentin müəyyən edilməsi və təyininin əsasını təşkil edən ayrıca reaksiyanın seçiciliyindən danışmaq olar. Belə ki, ionometriya, atom - absorpsion və fermentativ kimi metodlar yüksək seçiciliklə xarakterizə olunur. Metodikalardan əsasını təşkil edən bir çox reaksiyalar da yüksək seçiciliyə malikdirlər. Məsələn, üzvi reagentlərin bəzi kompleks birləşmələrinin

əmələ gəlməsi, fermentativ və elektrokimyəvi reaksiyalar. Həmçinin yodun nişasta ilə reaksiyası və ammonium ionunu təyin etmək üçün istifadə olunan tərkibində ammonium ionu olan maddələrin qələvirlə qarşılıqlı təsir reaksiyası spesifikdir.

Analizin aparılma şəraitini dəyişməklə (mühitin pH-ı, reagentlərin qatılıqları), mane olan komponentləri reaksiya qabiliyyəti olmayan formaya keçirmək (pərdələmə) və ya onları əsas komponentdən ayırmaqla (çökdürmə, ekstraksiya, xromatoqrafiya) kimyəvi analiz metodikasını daha seçici etmək olar. Yüksək seçici metodikalarla poladlarda nikelin dimetilqlioksimlə az həllolan kompleks birləşməsinin çökdürülməsi reaksiyasına əsaslanan qravimetrik təyini metodunu nümunə göstərmək olar. Çökmə zəif ammoniyak mühitində aparılır, dəmiri çaxır və ya limon turşusu ilə pərdələyirlər.

Metod və metodikaları nəzərdən keçirərkən onların *universallığından* - çoxlu komponentlərin müəyyən edilməsinin və təyininin mümkünlüyündən danışmaq lazımdır. Bir nümunədə eyni zamanda bir çox komponentin müəyyən edilməsi və ya təyini, çox komponentli sistemlərin analizinin aparılması xüsusi əhəmiyyət kəsb edir. Metodun yüksək seçiciliyi və universallığı bir-birini inkar etmir. Analizin bir çox universal metodları ayrıca komponentlərin təyində yüksək seçiciliklə fərqlənilirlər. Belə metodlara xromatoqrafiya, voltamperometriyanın bəzi növləri, atom-emission spektroskopiyaya kimi metodları nümunə göstərmək olar. İnduktiv əlaqəli plazma və kvantometr tətbiq etməklə atom - emission spektroskopiyaya metodunun köməyi ilə eyni bir nümunədə 25 - 30 müxtəlif elementi (ayırmadan) təyin etmək olar.

Analizin dəqiqliyi - metod və ya metodikanın düzgünlüyü və təkrarlılığı ilə əlaqədar olan ümumi xarakteristikadır. Yüksək dəqiqlikdən danışdıqda hesab edirlər ki, analizin nəticələri düzgündür. Dəqiqlik çox vaxt təyinatın nisbi xətası ilə (%-lə) xarakterizə olunur.

Analizin dəqiqliyinə tələbat adətən analizin məqsədi və tapşırığı, obyektin təbiəti ilə təyin olunur. Həmişə yüksək dəqiqliyə can atmaq vacib deyil. Məsələn, hazırda bir çox metallurgiya və kimya istehsalatına nəzarət edərkən komponentləri 10 - 15% xəta ilə təyin etmək olar. Bu halda həm əsas komponentin, həm də zərərli qarışıqların miqdarını dəqiq bilmək lazım olduqda (məsələn, əczaçılıq və qida sənayelərində) xəta 0,1 - 1%-dən çox olmamalıdır. Yarımkeçiricilər üçün əsas komponentin təyini zamanı xəta 0,1%-dən az,

lazım gəldikdə isə 0,01% olmalıdır. Belə ki, bu birləşmələrin fiziki xassələri onların stexiometrik tərkibinin sabitliyindən əhəmiyyətli dərəcədə asılıdır.

Qravimetrik və titrimetrik metodlar kifayət qədər dəqiq metodlardır. Burada xəta müvafiq olaraq 0,05-0,2 və 0,1-0,5% təşkil edir. Müasir metodlardan kulonometrik metod daha dəqiq-dir. Bu metodla komponenti 0,001-0,01% xəta ilə təyin etmək olar.

Bir qayda olaraq kimyəvi analizlərin dəqiqliyinə tələbatı texnoloqlar, geoloqlar, tibb işçiləri, fiziklər və digərləri diktə edirlər. Lakin analitik kimyaçılar həmişə analizlərin aparılması zamanı bu və ya digər dəqiqliyin əldə olunması haqqında xüsusi təsəvvürlərə malik olmalıdırlar. Yüksək dəqiqliyin əsassız olaraq artırılması adətən kimyəvi analizi uzunmüddətli və bahalı edir. Belə ki, komponentlərin sırasının təyini zamanı dəqiqliyin 2%-dən 0,2%-ə qədər artırılması analiz müddətinin 20 dəfədən çox artmasına səbəb olur. Dəqiqliyə olan tələbatın artması çox vaxt mürəkkəb və bahalı cihazlardan istifadəyə gətirib çıxarır. Beləliklə, tədqiqatçı xüsusilə kütləvi analizlər apararkən az və ya çox dəqiq metodun seçilməsinə sağlam düşüncə ilə yanaşmalıdır.

Metodun ekspresliyi. Ekspreslik tələbi, yəni analizlərin tez yerinə yetirilməsi çox vaxt analiz metodu və metodikasının seçilməsi zamanı əsas tələblərdən biri hesab edilir. Analizlərin tapşırığı bəzən ekspres metodun seçilməsini zəruri edir. Məsələn, poladın konvertorda əridilməsi zamanı 15-30 dəqiqə ərzində elementlərin miqdarı dəfələrlə təyin edilir, yəni hər bir analiz yalnız bir neçə dəqiqəyə başa çatmalıdır. Cərrahi əməliyyatların aparılması zamanı ekspresliyə olan tələbat bəzən daha da artır. Belə ki, bir neçə dəqiqə ərzində xəstənin qanında və ya toxumalarında bioloji aktiv birləşmələrin (karbamid, qlükoza, dərman preparatları və s.) qatılığını təyin etmək lazımdır. Analizi daha tez aparmağa imkan verən metodlar da var. Belə ki, atom-emission spektrometriyaya kvantometrlərin tətbiqi bir neçə saniyə ərzində 15-20 elementi təyin etməyə imkan verir; ionometriya metodunda komponentlərin miqdarını hiss etmə müddəti 0,5-1 dəqiqə olan ionselektiv, ferment elektrodlarından istifadə olunur.

Qeyd etmək lazımdır ki, miqdarla əlaqədar olan siqnalın ölçülməsi bir qayda olaraq metodikaların əksəriyyətində kifayət qədər tez başa çatan mərhələdir. Kimyəvi analiz apararkən əsas vaxt nümunənin hazırlanmasına sərf olunur. Buna görə eyni bir şəraitdə

analiz müddətini azaltmaq üçün ən seçici, xüsusi nümunə hazırlanması tələb olunan metodikalar seçilməlidir.

Analizin dəyəri. Analiz metodunun seçilməsi zamanı, xüsusilə seriyalarla və kütləvi analizlər apararkən *kimyəvi analizin dəyəri* böyük rol oynayır.

Cihaz təchizatının dəyərinə görə metodlar müxtəlifdir. Titrimetrik, qravimetrik, potensiometrlik metodlar ən ucuz metodlardır. Bahalı cihazlardan voltamperometriyada, spektrofotometriyada, lümi-nessensiyada, atom-absorbsiyada istifadə olunur. Ən bahalı cihazlardan neytron-aktivləşmə analiz metodunda, kütlə-spektrometriya-da, NMR və EPR spektrometriyada, induktiv əlaqələnmiş plazmalı atom-emission spektroskopiyada istifadə olunur.

Analizin dəyəri qiymətləndirilərkən reaktivin əldə olunması və dəyəri; bir komponentin müəyyən edilməsinə və ya təyininə sərf olunan vaxt; analiz olunan nümunənin kütləsi, xüsusilə analiz olunan obyekt bahalı olduğu halda (əlvan metalların erintiləri və külçələri, qızıl və s.) nəzərə alınır.

Analizin avtomatlaşdırılması. Kütləvi bircins analizlər apararkən aşağıdakı tələbləri ödəyən metoddan istifadə etmək lazımdır: analitikin işini asanlaşdırmağa imkan verən analizin avtomatlaşdırılması, bir çox əl ilə görülən çətin əməliyyatların avtomatlaşdırılması, ayrı-ayrı əməliyyatların xətasının azaldılması, analizin aparılma sürətinin artması, onun dəyərinin azaldılması, məsafədən analizin aparılması və s.

Analizin müasir metodlarında avtomatlaşdırmaya meyl artır. Lakin çox vaxt analizin avtomatlaşdırılması böyük xərc tələb edir. Onun tətbiqi bütövlükdə istehsalatın avtomatlaşdırılması prosesi və məhsulun keyfiyyətinə nəzarətin günbəgün artması tələbi ilə şərtlənir.

Analiz metoduna olan digər tələblər. Yuxarıda göstərilən amillərlə yanaşı metod və metodikaların seçilməsi zamanı analizin tapşırığından asılı olaraq metoda digər spesifik tələblər də yarana bilər. Məsələn, süni məhsulların, arxeoloji obyektlərin, məhkəmə ekspertizası predmetlərinin və s. analizi zamanı *nümunəni dağıtmadan* analizin aparılması (qeyri-destruktiv analiz) lazımdır. Bu halda analiz çox vaxt rentgen flüoresent və nüvə - fiziki metodların tətbiqi ilə aparılır.

Metal külçələrin mikrofazalarının, geoloji və arxeoloji nümunələrin səpələnməsinin kimyəvi analizi zamanı; təbəqələrin laylarla

analizi zamanı; məhkəmə ekspertizası obyektlərində, əlyazmalarda ştrixlərin ləkələrinin tərkibinin aydınlaşdırılması və s. zamanı *lokal analiz* aparmaq tələb olunur. Belə analizlər zamanı metodun yeni xarakteristikası - *fəza aşkarlanması*, yəni nümunənin bir-birinə yaxın olan hissələrini fərqləndirmək qabiliyyəti tələb olunur. Fəza aşkarlanması analizi zamanı dağıdılan (parçalanan) sahənin diametri və dərinliyi ilə təyin olunur. Müasir lokal analiz metodları ilə nail olunan ən yüksək fəza aşkarlanması səthə görə 1 mkm və dərinliyə görə 1 nm (yəni, bir neçə monoatom təbəqəsi) təşkil edir. Lokal analizdə rəng spektral metodlardan (elektron – zondlu mikroanalizator), lazerlə həyacanlandırılan atom–emission spektral metodlarından, kütlə–spektrometriyasından istifadə edilir.

Müasir analitik kimyanın əsas məsələlərindən biri *məsafədən kimyəvi analizin* (distansion analiz) aparılmasıdır. Belə problemlər kosmik obyektlərin, radioaktiv və ya sağlamlıq üçün zərərli olan digər maddələrin analizi, Dünya okeanının dibinin tədqiqi zamanı meydana çıxır. Məsafədən analizin problemlərini çox vaxt nüvə fiziki, kütlə spektroskopiyası və digər metodların tətbiqi ilə həll edirlər.

Beləliklə, analiz metodunun və komponentlərin müəyyən edilməsi və təyininin optimal metodikalarının seçilməsi zamanı qiymətləndirilməsi və nəzərə alınması vacib olan amillərin sayının çox olması kimyəvi analizin bu mərhələsini kifayət qədər mürəkkəbləşdirir. Bu məsələnin həll edilməsində EHM-də modelləşdirmənin tətbiqi analitikə müəyyən kömək edə bilər.

Analitik kimya, kimya elminin bir hissəsidir. Kimya fənni – kimyəvi elementlər və onların birləşmələrini, bir maddənin digərinə çevrilməsi prosesini öyrənir. Analitik kimya da bu proseslərin tədqiqi ilə məşğul olur, lakin kimyanın digər hissələrindən fərqli olaraq əsas vəzifəsi maddənin kimyəvi tərkibini təyin etməkdən ibarətdir. Analitik kimya maddələrin kimyəvi tərkibini təyin etmək məqsədi ilə onların quruluşunu və çevrilmə proseslərini öyrənən bir elmdir. Maddələrin kimyəvi və fiziki quruluşlarının təyini analiz metodlarının əsasını təşkil edir, buna görə də analitik kimyaya maddələrin kimyəvi quruluşunun təyini metodları haqqında elm də deyildir.

Maddənin kimyəvi tərkibini təyin etmək analiz olunan materialların tərkibində hansı element və ya onun birləşmələrinin hansı miqdar nisbətində olması sualına cavab verməyə imkan verir.

Qarşıya qoyulan məsələnin xarakterindən asılı olaraq analizlər aşağıdakı növlərə ayrılır.

Element analizi - verilən maddənin tərkibində olan ayrı-ayrı elementlərin miqdarının və tərkibinin təyin olunması.

Faza analizi – tədqiq edilən fazaların miqdarının və tərkibinin təyin olunması. Məsələn, poladın tərkibində karbon qrafit şəklində və karbid - dəmirin (və ya digər metalın) karbonla birləşməsi şəklində olur. Faza analizinin vəzifəsi ondan ibarətdir ki, qrafit şəklində nə qədər karbon, karbid şəklində nə qədər karbon olduğunu təyin etsin.

Molekulyar analiz (maddə analizi, hərdən düzgün olmayaraq bu analizə faza analizi də deyirlər) - materialların tərkibində müxtəlif maddə (birləşmə) molekullarının miqdarının və tərkibinin təyin olunması. Məsələn, atmosferdə CO, CO₂, N₂, O₂ və s. miqdarı təyin olunur.

Funksional analiz – üzvi birləşmələrin molekullarında olan funksional qrupların miqdarının və tərkibinin təyini. Məsələn: amin (-NH₂), nitrat (-NO₂), nitroz (-NO), hidroksil (-OH), karboksil (-COOH) və digər qruplar.

Kimyəvi tərkibi təyin etmək üçün iki analiz növü var. Keyfiyyət və kəmiyyət. Keyfiyyət analizinin vəzifəsi analiz olunan materialların tərkibinə hansı element və ya birləşmələrin daxil olduğunu təyin etməkdir. Kəmiyyət analizinin məqsədi keyfiyyət analizi nəticəsində təyin olunan komponentlər arasında kəmiyyət nisbətini təyin etməkdən ibarətdir. Çox zaman analiz olunan nümunənin tərkibində ancaq bir və ya bir neçə komponentin miqdarı təyin olunur. Aparılan analiz nəticələri sintetik və təbii birləşmələrin kimyəvi formulunu təyin etməyə, müxtəlif materialların istehsalatın tələblərinə uyğunluğunu qiymətləndirməyə imkan verir.

Analiz olunan materialın xarakterindən asılı olaraq üzvi və qeyri-üzvi maddələrin analizlərinə ayrılır. Üzvi maddələrin analizinin ayrıca fəsilə ayrılması üzvi maddələrin qeyri-üzvi maddələrlə müqayisədə bir sıra xüsusiyyətlərə malik olması ilə izah edilir. Əksər hallarda analiz birinci mərhələsi nümunənin məhlul halına keçməsinə ibarətdir. Qeyri üzvi maddələrin analizi zamanı həlledici kimi su, turşu və qələvilərin sulu məhlullarından istifadə olunur.

Alınan məhlulun tərkibində elementlərin təyini üçün lazım olan anion və kationlar olur. Onları təyin etmək üçün ionların çox sürətlə qarşılıqlı təsirdə olan reagentlərdən istifadə olunur və əksər hallarda bu reaksiyalar axıra qədər gedir. Üzvi birləşmələrin analizində çox zaman əvvəlcə nümunə minerallaşdırılır, belə ki, onun üzvi hissəsi közərdilir və ya qatı turşularla emal olunur. Suda həll olmayan üzvi

maddələr bəzən üzvi həlledicilərdə həll edirlər. Üzvi birləşmələr arasında reaksiya adətən çox yavaş gedir və demək olar ki, heç vaxt axıra qədər getmir, ancaq onlar müxtəlif reaksiya məhsullarının alınma biləcəyi bir neçə istiqamətdə gedə bilər. Analiz zamanı bir neçə digər spesifik üsullardan da istifadə olunur, məsələn preparatın təmizliyini yoxlamaq üçün maddənin qaynama və ərimə temperaturunu təyin edirlər. Üzvi birləşmələrin mürəkkəb qarışıqlarının analizi əsasən qaz xromatografiyası metoduna məxsusdur. Bu metod qeyri-üzvi maddələrin analizində tətbiq olunmur.

Fiziki və kimyəvi analiz metodları mövcuddur. Bu bölmə bir qədər nisbidir, çünki bu iki qrup arasında elə də sərt bir sərhəd yoxdur. Hər iki halda analiz olunan materialın tərkib hissələrinin kəmiyyət və keyfiyyətə təyini sistemin hər hansı fiziki xassəsinin müşahidə olunması və ölçülməsinə əsaslanır. Məsələn elektrik keçiriciliyi, sıxlıq, rəng intensivliyi, radiaktiv şüalanmanın intensivliyi, kütlə, həcm, elektrik potensialı ölçülür və bunun əsasında da verilmiş elementin və onun birləşmələrinin miqdarı haqqında nəticə çıxarılır.

Beləliklə fiziki metodlarla analiz zamanı analiz olunan material ardıcıl olaraq müşahidə olunur və ölçülür. Lakin kimyəvi reaksiya ya heç aparılmır, ya da köməkçi rol oynayır. Kimyəvi metodlarda isə nümunə əvvəlcə hər hansı bir reagentin təsirinə məruz qalır, belə ki, təyin olunmuş kimyəvi reaksiya aparılır və ancaq bundan sonra fiziki xassələr müşahidə olunur və təyin edilir. Buna uyğun olaraq analizin kimyəvi metodunda əsas diqqət kimyəvi reaksiyanın düzgün aparılmasına yönəldilir.

I FƏSİL

ANALİTİK KİMYANIN METODLARI

1.1. Müasir analitik kimyanın vəzifələri

Analitik kimya müxtəlif elm və istehsal sahələri ilə sıx bağlıdır. Xammal yarımfabrikat və hazır məhsulun keyfiyyətinə nəzarət etmək üçün kimyəvi analizdən istifadə olunur. Elm və istehsalın hər bir sahəsi analitik kimyanın qarşısında öz spesifik vəzifələrini qoyur. Belə ki, canlı orqanizmlərin hüceyrələrinin tərkibinə daxil olan və onların normal fizioloji fəaliyyətini təmin edən ayrı-ayrı elementlərin keyfiyyət və kəmiyyətcə təyin edilməsi tibbdə böyük əhəmiyyətə malikdir. Kənd təsərrüfatının məhsuldarlığı nəzərə cərpacaq dərəcədə kübrələrin tərkibindəki mikroelementlərdən asılıdır. Bununla əlaqədar olaraq kübrələrin tərkibində mikro miqdarda olan bir sıra elementlərin (manqan, bor, dəmir, molibden) təyin edilməsi üçün metodların işlənilib hazırlanması vacibliyi yarandı. Metallurgiyada çuqun və ya poladı əridərkən dəmirin, həmçinin zəhərli qarışıqların kükürd, fosfor, arsen və digər elementlərin, filizin və hazır məhsulun tərkibində miqdarını bilməlidir. Bu məlumatı zavodun analitik laboratoriyası verir. b Lazımı yeraltı qazıntıların analizi geoloqa imkan verir ki, o elementlərin ümumi ehtiyatını qiymətləndirsin və onların yerləşdiyi sahənin iqtisadi cəhətdən məqsədəuyğun olub-olmaması barədə nəticə çıxarsın. Ekologiya xidmət sahəsi kimyaçı-analitikdən içməli suyun keyfiyyətinə qiymət verməyi tələb edir. Yeyinti sənayesində məhsulların keyfiyyətinə nəzarət etmək vacibdir, məhkəmə ekspertisi insanın zəhərlənməsinə səbəb olan zəhərin xarakterini təyin etməlidir və sairə.

Analitik kimyanın müxtəlif elm və istehsal sahələrində tətbiqinə dair yuxarıda göstərilən bu və digər müxtəlif misalların əsasında bir neçə problemləri ümumiləşdirmək olar. Bu problemlərdən biri elementlərin miqdarının təyininin yeni metodlarının işlənilib hazırlanmasıdır. Bu elementlərə niobium, tantal, sirkonium, titan, molibden, volfram və sairə. bunlardan müasir texnikada istiyədavamlı ərintilərin komponenti kimi, atom energetikasında konstruksiya materialı kimi istifadə olunur. Adları çəkilən elementlərin tətbiq sahəsi hər zaman genişlənir. Belə ki, sirkonium elementi XVIII əsrin axırlarında kəşf olunsada əvvəllər heç bir praktiki əhəmiyyət kəsb

etmirdi. Hazırkı dövrdə sirkonium, onun ərintiləri və birləşmələri 150 sahədə istifadə olunur.

Sirkonium bir çox silikat materialların tərkib hissəsini təşkil edir, ondan atom reaktorlarının detalları, alüminium, maqnezium ərintiləri hazırlanır.

Digər vacib problem - elementlərin mikro miqdarının təyin olunması metodlarının işlənilib hazırlanmasıdır. Materialların fiziki və kimyəvi xüsusiyyətləri məhz mikrokomponentlərin iştirakından asılıdır. Titan və xrom uzun müddət kövrək metal hesab olunurdu, amma artıq təyin olunmuşdur ki, bu metallar təmiz halda plastikdir və onların kövrəkliyi tərkibində mikro miqdarda kənar elementlərin olması ilə əlaqədardır. Germanium elementi radiotexnika sənayesində yarımkəçirici cihazların hazırlandığı materialların əsasını təşkil edir, ancaq onun tərkibində hər on milyon atom germaniuma bir atomdan çox fosfor, arsen və ya sürmə olduqda o öz yarımkəçiricilik xüsusiyyətini itirir. Poladın tərkibində çox cüzi miqdarda titan, vanadium, bismut və digər metalların olması onun mexaniki və elektrik xüsusiyyətlərini nəzərə çarpacaq dərəcədə dəyişir. Elm və texnikanın mikro miqdarının təyininə olan tələbatı günbəgün artır. 1947-ci ildə kimyaçı-analitiklər əsas materialın tərkibində mində bir faiz təşkil edən qarışıqlar təyin etmişlər, ancaq indi elə üsullar lazımdır ki, 10^{-10} faiz qarışığı, yəni on milyardlarla element atomlarının içərisində bir ədəd digər element atomunu təyin etmək mümkün olsun.

Üzvi maddələrin analizi metodlarının işlənilib hazırlanması müasir analitik kimyanın vacib məsələlərindən biri olaraq qalır. Axırkı illərdə bir çox yeni istehsal sahələri: məsələn, plastik kütlə, polimer, element üzvi birləşmələr, bioloji aktiv və tibbi preparatları, pestisidlər və s. istehsal edən sahələr yaradılmışdır. Ağır üzvi sintez sənayesi, neft, təbii qaz, kömür emalı sahələri inkişaf etmişdir. Bu istehsalat sahələrində xammal, yarımfabrikat və hazır məhsulun analizi üçün etibarlı analiz metodları vacibdir.

Atmosferin və su hövzələrinin qaz şəkilli zəhərli maddələrin tullantıları və sənaye çirkabları ilə əlaqədar havaya, çay və göllərə axıdılan istehsal tullantılarının təmizlənmə dərəcəsinə nəzarət etmək üçün analiz metodlarının yaradılması vacibliyi yaranır. Çox hallarda bu tullantıların tərkibində insanın sağlamlığı üçün zərərli olan müxtəlif üzvi və qeyri üzvi qarışıqlar olur. Flüor və xlorüzvi birləş-

mələr, fenol və onun törəmələri, formaldehid, kükürd oksidi, hidrogen sulfid, azot oksidi, karbon oksidi və sairə.

Analiz metodlarının düzgünlüyünə və həssaslığına qoyulan tələblər getdikcə artır. Ekspress analiz metodları daha böyük əhəmiyyət kəsb edir: bu metodlar texnoloji prosesə operativ nəzarət etmək üçün vacibdir və onlar davamsız aralıq məhsulların kimyəvi, biokimyəvi və radiokimyəvi çevrilmələrini indentifikasiya etməyə imkan verir. Bəzi hallarda yüksək aqressiv, kosmik və ya yeraltı obyektlərin analizində distansion analizsiz keçinmək olmur.

1.2. Kimyəvi analiz metodları

Mürəkkəb maddələrin kimyəvi analizi əksər hallarda aşağıdakı mərhələlərdən ibarətdir.

1. Analiz üçün nümunənin götürülməsi, materialın 10-15 qramını təşkil etməlidir, və bu nümunə elə göstərilməlidir ki, onun orta tərkibi analiz olunan obyektin bütün partiyasının orta tərkibinə uyğun olsun. Laboratoriya nümunəsi aşağıda təsvir edilən xüsusi qaydalara əsasən hazırlanır.
2. Nümunənin parçalanması və onun məhlula keçirilməsi. Nümunə suda həll edilir və ya turşu ilə emal edilir. Lazım olduqda analiz olunan material müxtəlif maddələrlə ərinti halına salınır, göndərilir və ya digər kimyəvi təsir üsullarından istifadə olunur.
3. Kimyəvi reaksiyaların aparılması. Nümunənin təyin olunan X komponentinə R reagenti ilə təsir edilir, reaksiya nəticədə P məhsulu alınır.



Bu analizin ən vacib mərhələsidir və əsas diqqət onun düzgün yerinə yetirməsinə ayrılmalıdır.

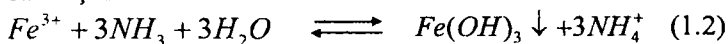
4. Reaksiya məhsulunun, reagentin və ya təyin olunan maddənin hər hansı fiziki parametrinin ölçülməsi. Bu ölçü əsasında analiz olunan materialın tərkibində təyin olunan komponentin miqdarı haqqında fikir irəli sürülür.

Analiz metodlarında (1.1) reaksiyasından istifadə edilməsinin üç üsulu mümkündür. Bununla əlaqədar bütün kimyəvi metodları 3 qrupa bölmək olar.

Birinci grup metodlarda əmələ gələn reaksiya məhsulunun kütləsi çəki yolu ilə (qravimetrik analiz) təyin olunur: P məhlulu tərəfindən işığın udulma intensivliyi ölçülür, bəzi hallarda bu maddənin kütləsinə bərabər olur (fotokalorometrik analiz).

Aydındır ki, hər iki halda (1.1) reaksiyasına eyni metodiki tələblər qoyulur. Hər şeydən əvvəl elə şərait yaratmaq lazımdır ki, təyin olunan maddə tamamilə P reaksiya məhsuluna çevrilsin, belə ki (1.1) reaksiyanın tarazlığı daha çox sağa doğru yönəlsin. Həm də vacibdir ki, reagent R məhlulda olan kənar maddələrlə qarşılıqlı təsirə girib reaksiya məhsulu verməsin, fiziki xassələri ilə üst-üstə düşsün. Bu iki tələb aşağıdakı misallarda izah olunur.

Qravimetrik üsulla dəmirin təyini üçün ionlar ammoniyak məhlulu ilə çökdürülür.



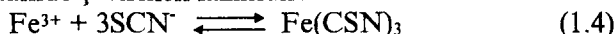
Dəmir hidroksid sonra Fe_2O_3 -ə çevrilir və çəkilir.

Dəmirin təyini o zaman düzgün hesab edilir ki, məhluldakı dəmirin hamısı tamamilə çöküntüyə keçsin; bundan əlavə əgər məhlulda ammoniyakla çöküntü əmələ gətirəcək digər ionlar məsələn, alüminium, titan, bismut, sürmə və s. yoxdursa. Eyni zamanda $NH_3 \cdot H_2O$ reagenti məhlulda olan digər maddələrlə reaksiyaya girib digər bərk faza əmələ gətirməyə də bilər. Məsələn, NH_3 -ün HCl turşusu ilə reaksiyası mümkündür:

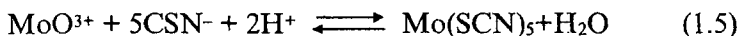


Ammonium xlorid yaxşı həll olur və buna görə də təyinə mane olmur.

Dəmiri fotometrik metodla təyin etmək üçün onu qırmızı rəngdə dəmir rodanidə çevirmək lazımdır:

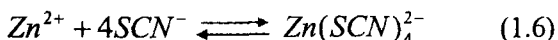


Sonra dəmir rodanidin rəng intensivliyi ölçülür. Qravimetrik analizdə olduğu kimi bu analiz də o zaman düzgün olur ki, dəmir tamamilə rəngli birləşməyə çevrilsin. Ancaq məhlulda rodanid ionları ilə rəngli kompleks əmələ gətirən, məsələn, molibden maddə olmamalıdır.



Molibdenin rodanid kompleksi də qırmızı rəngdədir.

Eyni zamanda sink ionları rodanid ionları ilə reaksiyaya girsə də dəmirin təyininə mane olmur:



Ancaq reaksiya məhsulu rəngsizdir və onun iştirakı reaksiyanın nəticəsinə təsir göstərmir.

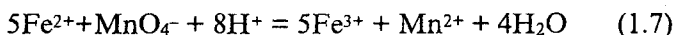
İkinci qrup metodlara X təyin olunan maddəsi ilə reaksiyaya sərf olunan reagentin miqdarının təyinə əsaslanır. Adətən qatılıqı dəqiq məlum olan reagent məhlulunun həcmi təyin edilir. Reagent məhlulu o vaxta qədər əlavə edilir ki, reaksiya maddələri arasında ekvivalent nisbət əldə olunsun.

R reagentinin titrli məhlulunun üzərinə əlavə olunması prosesi, titrləmə adlanır. Buradan da baxılan qurupların metoduna-titrimetrik analiz metodu deyilir.

Titrimetrik analiz metodunda aşağıdakı tələbləri yerinə yetirmək vacibdir:

1. X və R arasında qarşılıqlı təsir reaksiya tənliyinə dəqiq uyğun olaraq stexnometrik aparılmalıdır.
2. Reaksiya tez getməlidir.
3. Reagent məhlulda olan kənar maddələrlə reaksiyaya girməməlidir.
4. Ekvivalent nöqtəsinin təyin olunması üsulundan istifadə etmək vacibdir.

Titrimetrik metodlardan istifadə olunması dəmirin (II) permanınat ilə titrlənməsi misalında öz əksini tapmışdır.



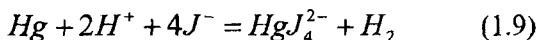
Bəzi təyin olunmuş şəraitlərdə yuxarıdakı ilk iki şərt (1.7) reaksiyası üçün məqbul yerinə yetirilir. Əgər məhlulda reduksiyaedici, məsələn Sn^{2+} , J^- və s. ionları varsa, üçüncü şərti həyata keçirmək çətinidir. Dördüncü şərt o zaman yerinə yetirilir ki, permanınantın ekvivalent miqdardan yuxarı artıq miqdarı məhlulun rəngini çəhrayı rəngə çevirir, bu isə o deməkdir ki, dəmir tamamilə oksidləşir.

Üçüncü qrup metodlarda X təyin olunan maddənin R reagenti ilə qarşılıqlı təsiri zamanı baş verən dəyişikliklər qeydə alınır. Bu qrupa əsasən qaz analizi bir neçə metoda aiddir. Beləliklə,

mürəkkəb qaz qarışığında CO₂-nin tərkibini, onun həcminə natrium hidrokسيد məhlulundan keçirməzdən əvvəl və sonra ölçməklə təyin etmək olar. Natrium hidrokسيد CO₂-ni udur və qarışığın həcminin azalması onun tərkibindəki CO₂-nin miqdarına bərabərdir.

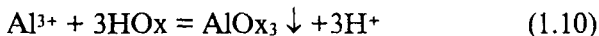


Oksigen-əsas reaksiyaları kompleks birləşmələrin əmələ gəlməsi və oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarına bölünür. Belə bölünmə şərtidir. Müxtəlif tipli reaksiyalar əksər hallarda bir-birindən fərqlənmədiyindən onların hansı tipə aid olduğunu təyin etmək çətinlik törədir. Məsələn, metallik civə və HJ arasında gedən reaksiya:



Bu oksidləşmə reduksiya reaksiyasıdır, belə ki burada civə Hg²⁺-ə qədər oksidləşir, ancaq H⁺ ionları H₂-ə qədər reduksiya olunur. Amma (1.9) reaksiyası HgJ₄²⁻ kompleksinin əmələ gəlməsi ilə gedir, buna görə də onu kompleks birləşmələrin əmələ gəlmə reaksiyasına da aid etmək olar.

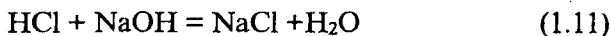
Alüminium ionları və 8-hidroksixinolin (HOx) məhlulu arasında gedən reaksiya aşağıdakı tənlik üzrə gedir.



Alüminium oksixinolinat ayrılır. AlOx₃ çöküntüsü kompleks birləşmədir. Bu səbəbdən də (1.10) reaksiyası kompleks əmələgəlmə reaksiyasına aiddir. Həminin reaksiya zamanı məhlulun turşuluğu dəyişir, buna görə də (1.10) reaksiyası iki tip reaksiyaya aid reaksiya kimi baxmaq olar. Qeyd etmək lazımdır ki, hər bir reaksiya növü aşağıdakı məqsədlərdən biri (və ya birlikdə hamısı) üçün istifadə oluna bilər: təyin olunan maddəni (element ion və ya onun birləşmələrinin) digər maneçilik törədən komponentlərdən ayrılması; təyin olunan maddənin qatılaşdırılması; onun keyfiyyətinin təyini: miqdarının təyini.

Turşu əsaslı reaksiyalarından başlıca olaraq zəif və güvvətli turşu, əsas və ya onların duzlarının miqdarının təyində istifadə olunur. Bu reaksiyalar turşu-əsas titrlənməsinə (neytrallaşma metodu) əsaslanır. Bu metodda reagent məhlulu kimi işçi məhlul adlanan

qüvvətli turşu və ya qüvvətli əsaslardan istifadə olunur. Məsələn, qüvvətli turşuların (və ya əsasların) NaOH məhlulu (və ya HCl) ilə titrlənməsi zəif turşuların (və ya zəif əsasların) təyini



Bəzi hallarda ayrı-ayrı ionların keyfiyyətcə təyini üçün turşu-əsas reaksiyalarından istifadə olunur. Məsələn, sulfid-ionu təyin etmək üçün analiz olunan məhlulun turşuluğunu artırmaq lazımdır: SO_3^{2-} ionunu spesifik iyinə görə təyin etmək olar. Ammonium ionunu təyin etmək üçün analiz olunan məhlula natrium hidroksid əlavə edilir və ammoniyak spesifik iyinə görə müəyyən olunur.

Kompleks birləşmələrin əmələ gəlmə reaksiyaları. Təyin olunan maddə reagentlərin təsiri ilə kompleks ion və ya birləşməyə çevrilir. Məsələn, ammoniyakın mis ionlarına təsiri nəticəsində göy rəngdə mis ammonium birləşməsi alınır. Kobalt ionları üzvi 1-nitrozo-2-naftol üzvi reagent ilə reaksiyaya girir az həll olan kompleks birləşmə əmələ gətirir. Kompleks əmələ gəlmə reaksiyaların aşağıdakı ayrılma və təyin etmə metodlarına əsaslanır.

Çökdürmə üsulu ilə ayırma Üzvi reagentlərin təsiri nəticəsində əmələ gələn bir çox kompleks birləşmələr suda həll olmur. Bu hal ionları ayrı-ayrı qruplara ayırmaq üçün kompleks birləşmələrdən istifadə etməyə imkan verir. Beləliklə, məsələn, kalium ionu $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ kompleks birləşməsi şəklində çöküntü verir və məhlulda qalan digər natrium, maqnezium, barium, kalsium və digər metalların ionlarından ayrılır. Nikelin dimetilqliksim ilə çökdürülməsi onu kobalt və nikelədən ayırır. Dəmir üzvi reagent olan kuperonla suda həll olmayan kompleks birləşmə əmələ gətirərək çökür və alüminium, xrom, sink, kadmium, manqan və digər elementlərdən ayrılır.

Ekstraksiya metodu. Suda həll olmayan kompleks birləşmələr çox vaxt üzvi həlledicilərdə - xloroform, benzol, dietil efiri, amil və butil spirtlə-rində yaxşı həll olur. Elementlərin ekstraksiya üsulu ilə ayrılması kompleks birləşmələrin bu xüsusiyyətinə əsaslanır. Ekstraksiya - təyin olunan elementin sulu məhluldan su ilə qarışmadan üzvi həlledicilərə keçməsinə əsaslanan ayrılma metodudur. Üzvi həlledicilərdə çox vaxt sadə maddələr də həll olur. Məsələn, sərbəst yod sulu məhluldan xloroform və ya benzol vasitəsilə asan ekstraksiya olunur. Dəmir dietil efiri ilə $\text{H}[\text{FeCl}_4]$ kompleks birləşməsi şəklində

ekstraksiya olunur və bu üsul ilə nikel və digər elementlərdən ayrılır. Ekstraksiyadan qatılaştırma metodu kimi də istifadə olunur. Sulu məhlulda cüzi miqdarda olan ionlar əvvəlcə reagentlərin təsiri ilə kompleks birləşməyə çevrilir sonra isə az miqdarda üzvi həlledicilərlə ekstraksiya edilir.

Fotometrik analiz metodu. Təyin olunan ionların üzvi və qeyri-üzvi reagentlərlə qarşılıqlı təsiri nəticəsində yaranan kompleks birləşmələrin optik sıxlığını təyin edirlər. Məsələn, dəmir ionunu təyin etmək üçün məhlula kalium rodanid və ya ammonium rodanid əlavə edilir. Əmələ gələn dəmir rodanidin optiki sıxlığı məhlulda dəmirin miqdarına uyğun gəlir. Silisium, fosfor və ya arseniumu sarı rəngli $H_4[Si(Mo_3O_{10})_4]$, $H_3[P(Mo_3O_{10})_4]$ və ya $H_3[As(Mo_3O_{10})_4]$ şəklində təyin etmək olar. Çox zaman üzvi reagentlərlə rəngli kompleks birləşmələrdən istifadə olunur. Məsələn, alüminiumu alizarinlə təyin edirlər ki, bu zaman qırmızı rəngli kompleks birləşmə əmələ gəlir. Kobalit nitroza P duzu ilə rəngli kompleks əmələ gətirir. Difeniltiokarbazon (ditizon) mis, qızıl, gümüş və digər elementlərlə reaksiyaya girib müxtəlif üzvi həlledicilərdə asan həll olan rəngli kompleks birləşmələr əmələ gətirir.

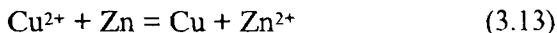
Titrimetrik analiz. Kompleksonometriya – geniş yayılmış analiz üsullarından biri olub, tərkibində azot və karboksil qruplar saxlayan kompleks ionlar - üzvi birləşmələrdən istifadəyə əsaslanır. Müxtəlif tərkibli kompleks ionlarla titrləmə bir çox elementlərin: dəmir, bismut, kadmium, mis, sink, maqnezium və sairə təyin edilməsinə imkan verir.

Kompleks birləşmələrdən digər titrimetrik metodlarda da istifadə edilir. Belə ki, flüoridlərlə titrləmə metodu - flüorimetriya, cive (II) duzları ilə titrləmə metodu merkurimetriya adlanır.

Qravimetrik analiz. Müxtəlif elementlərin qravimetrik analizi üçün müxtəlif həll olmayan kompleks birləşmələrdən istifadə olunur. Məsələn, alüminiumu 8-hidroksinolinlə çökdürmək, çöküntünü filtirdən keçirmək, qurutmaq və çəkmək lazımdır.

Oksidləşmə-reduksiya reaksiyaları. Bir sıra müxtəlif elementlərin ayrılma, qatılma, identifikasiya və təyini bu tip reaksiyalara əsaslanır

Sementasiya metodu. Sementasiya məhlulda olan metal ionlarının metallarla bərpası deməkdir. Məsələn, metallik sinkin mis duzunun məhlulu ilə qarşılıqlı təsiri nəticəsində mis məhluldan metal şəklində ayrılır.



Metallik misin təsiri ilə sürmə çökdürülür, hansı ki, bu üsulla qurğuşunun qalay ionlarından ayırmaq mümkündür. Metallik dəmirlə mis və kadmium ayrılır.

Civə katodu ilə elektroliz. Civə katodu ilə məhlulun elektrolizi zamanı bir çox elementlərin ionları elektrik cərəyanı ilə civədə həll olub amalqama əmələ gətirən materiallara reduksiya olunur. Digər metalların ionları isə məhsulda qalır. Bu metoddan, məsələn sinki alüminumdan, dəmiri titandan ayırmaq üçün və sairə hallarda istifadə olunur.

İdentifikasiya metodu. Keyfiyyət analizində oksidləşmə-reduksiya reaksiyası vasitəsilə manqan, xrom, civə, qalay, bismut və sairə elementlər təyin edilir. Məsələn, manqanı (II) təyin etmək üçün o brom və xlor ilə manqanı (V) qədər oksidləşir: əmələ gələn permanınatın bənövşəyi rəngi manqan ionlarının iştirakını təsdiq edir. İonların təyininin digər bir sıra metodları oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarına əsaslanır.

Türimetrik metodlar. Oksidləşdirici və reduksiyaedicilərlə titrləmə metodları - permanınatometriya, yodometriya, xromatometriya, bromatometriya və sairə geniş yayılmışdır. Permanınatometriyada ionlar kalium permanınat məhlulu, yodometriyada yod və tiosulfat natrium məhlulları ilə titrlənir.

Elektrogravimetrik analiz. Tədqiq olunan məhluldan müəyyən gərginlikli elektrik cərəyanı buraxılır. Məhlulda yerləşən metal ionları elektrik cərəyanı ilə sərbəst metal halına keçir. Ayrılan metal çökür və tapılan kütləyə əsasən verilən elementin nümunədə miqdarı təyin olunur. Elektrogravimetrik metodla mis, kadmium, sink, kobalt, qurğuşun, gü-müş, qızıl və digər metallar təyin edilir.

Analizin katalitik metodu. Kimyəvi reaksiyanın sürətinin ölçülməsinə əsaslanır.

Kolorimetrik analiz metodu. Analiz olunan maddənin elektrokimyəvi çevrilməsinə sərf olunan cərəyanının miqdarına əsasən maddənin miqdarı təyin olunur. Analizin nəticələri Faradey qanununa əsasən hesablanır.

$$M = \frac{1}{F} \frac{A}{n} I \cdot t = \frac{1}{F} \frac{A}{n} Q \quad (1.14)$$

Burada:

- M – təyin olunan elementin və ya ionun miqdarı;
 F – Faradey ədədi (96500 kulon);
 A – elementin atom kütləsi;
 n – element və ionların elektrokimyəvi çevrilməsində iştirak edən elektronların miqdarı;
 I – cərəyan şiddəti;
 t – elektrolizin vaxtı, saniyə;
 Q – elektriklənmənin miqdarı

Yuxarıda göstərilən misallardan görünür ki, kompleks əmələgəlmə reaksiyasından əsasən elementlərin çökdürmə və ekstraksiya metodu ilə ayrılması zamanı istifadə edilir. Bu zaman maddələr bir fazadan digər fazaya keçir. Müxtəlif növ faza tarazlıqlarına əsaslanan ayrılma metodları mövcuddur.

Faza tarazlığı. Faza sisteminin elə bir hissəsinə deyilir ki, o digər hissələrdən müəyyən ayrılma səthinə görə ayrılır, belə ki, hər bir fazanın daxilində olan maddə fiziki və kimyəvi nisbətdə bircinslidir.

Aşağıdakı fazalar arasında tarazlığın növləri məlumdur: maye-qaz (M-Q); bərk maddə - qaz (B-Q), maye (1) - maye (2) (M1 - M2), maye - bərk maddə (M-B), iki və bir neçə qazların qarışığı ayırma səthinə malik deyil və bir faza təşkil edir.

M-Q və ya B-Q tarazlığı. Maddənin qaz fazada ayrılmasından analizdə tez-tez istifadə olunur. Bu tarazlıqlara əsaslanan metodlar çox olmasa da digər metodlarla müqayisədə spesifikdir.

Bu növ tarazlıqlara əsaslanan aşağıdakı metodlar məlumdur: təyin olunan elementlərin oksigenlə uçucu birləşmələr şəklində ayrılması. Məsələn, su, karbon 2-oksidi, kükürd oksidi, elementlərin halogenlərlə uçucu birləşmələri şəklində, məsələn, $AsCl_3$, $CrCl_3$, $GeCl_4$, $SbCl_3$ və sairə. Qovulması, elementlərin hidrogenlə uçucu birləşmələr şəklində ayrılması, AsH_3 və sairə qaz xromatoqrafiyası metodu, hansında ki, bəzi qeyri-üzvi maddələr qaz şəklində çevrilir, bunlardan silisium, germanium, arsen, qalay, beriliumu müxtəlif elementlərdən ayırdıqdan sonra uçucu hidridlər şəklində təyin olunur.

M1 - M2 tarazlığı ekstraksiya metodunda müşahidə olunur, harada ki, elementlər əsasən su fazasından üzvi həlledicilər fazasına keçir. Adətən birləşmələr kompleks şəklində ekstraksiya olunur,

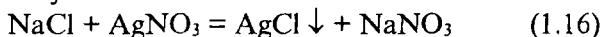
ancaq elə maddələr məlumdur onlar da bu üsulla bir fazadan digərinə keçir. Civə katodu ilə elektroliz zamanı da bu tarazlıq həyata keçir.

M - B tarazlığı çökdürmə və bərk fazanın səthində ayrılma prosesləri üçün xarakterikdir. Çökdürmə prosesində təyin olunan maddə sulu məhluldan bərk fazaya keçir və qravimetrik analiz metoduna əsaslanır. Qravimetrik analiz zamanı təyin olunan maddə məhluluna çökdürücü məhlul əlavə edilir və alınan çöküntü bulanıq məhluldan filtirlənmə yolu ilə ayrılır və qurudulub çəkilir, ya da əvvəlcə hər hansı digər bir müəyyən birləşməyə çevrilir. Məsələn, sulfat ionlarının barium sulfat şəklində təyin olunması;



Qravimetrik metod bir çox maddələrin təyində geniş istifadə olunur.

Titrimetrik analizdə əsasən çökdürmə metodundan - titrləmə ilə çökdürmədən istifadə edilir. Məsələn, xlor ionlarını gümüş nitrat məhlulu ilə titrləyirlər:



AgNO_3 məhlulu o vaxta qədər əlavə olunur ki, xloridin hamısı gümüş xloridə çevrilsin.

Bir çox ionların təyini zamanı maddələrin su fazasından bərk fazaya çevrilməsindən istifadə olunur. Məsələn kalium dixromatın iştirakı ilə məhlulda barium ionlarını asan təyin etmək olar, belə ki bu zaman sarı rəngli barium xromat çöküntüsü alınır. Sarı rəngli PbJ_2 -nin əmələ gəlməsi məhlulda qurğuşun ionlarının iştirakına zəmanət verir. Göy rəngli $\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ çöküntüsünün yaranması tədqiq olunan məhlulda dəmir (III) ionlarının olmasına işarədir. Kəmiyyət və keyfiyyət analizlərində geniş istifadə olunan bir sıra ayrılma metodları çökdürmə prosesinə əsaslanır. Belə ki, tədqiq olunan məhlula ammonium sulfid məhlulu ilə təsir etdikdə suda həll olmayan nikel sulfid, kobalt sulfid, manqan sulfid, sink sulfid, dəmir sulfid çöküntüsünü ayırmaq olar və bu üsulla bu duzları suda həll olan barium, stronsium, kalium və maqnezium duzlarından ayırmaq olur.

Xromatoqrafik analiz ayrılma metodlarından biri olub, çöküntülərin səthinə kənar ionların adsorbsiyası qabiliyyətinə əsaslanır.

Bərk fazanın (çöküntü) əmələ gəlməsi mürəkkəb bir prosesdir, hansı ki, kənar çıxmalar müşahidə olunur. Bunlardan biri birgə çökmədir. Bu halda çöküntü əmələ gələn vaxt məhluldan kənar maddələri də özünə birləşdirir. Məsələn, barium sulfat çökdürülən zaman suda yaxşı həll olan permanınat, dəmir sulfat, kalsium xlorid və digər maddələri məhluldan özünə birləşdirə bilər. Silisium turşusu çökdürülərkən özünə dəmirin, alüminiumun, titanın duzlarını birləşdirir və birgə çökür. Birgə çökmə üsulu qatılaşdırma metodlarından biridir və böyük həcmə malik məhluldan kiçik həcmə malik təyin olunan elementləri ayırmaq üçün istifadə olunur.

Yuxarıda deyilənləri yekunlaşdırmaqla aşağıdakı analiz metodlarını qeyd etmək olar.

1. qravimetrik;
2. titrimetrik (turşu-əsas çökdürmə, kompleks birləşmələrin əmələ gəlməsi, oksidləşmə-reduksiya);
3. optiki (fotometriya, spekrofotometriya, nefelometriya, lüminessensiya);
4. elektrokimyəvi (potensiometriya, polyaroqrafiya, kulonometriya, elektroqravimetriya);
5. katalitik (kinetik).

İlk iki metoda kimyəvi (klassik) analiz metodu, digərlərinə isə fiziki-kimyəvi metodlar deyilir.

Ayrılma metodlarına aşağıdakılar aiddir:

1. çökdürmə.
2. ekstraksiya.
3. xromatoqrafiya.
4. iondəyişmə.

Qatılaşdırma metoduna aşağıdakılar aiddir:

1. çökdürmə.
2. ekstraksiya.
3. sementasiya.
4. qovma.

1.3 Fiziki analiz metodları

Fiziki analiz metodunu xarakterik cəhəti ondan ibarətdir ki, onlardan kimyəvi reaksiya aparmadan təyin olunan elementin miqdarı ilə əlaqədar olan sistemin fiziki-kimyəvi parametrləri ardıcıl

olaraq ölçülür. Bu o demək deyil ki, elementlərin fiziki metodlarla təyini zamanı heç bir kimyəvi reaksiya getmir. Nümunənin parçalanması və maddənin analizə hazırlanması əksər hallarda kimyəvi metodlarla aparılır.

Fiziki analiz metodları 3 əsas qrupa bölünür:

1. Maddənin şüalanmasının təyininə əsaslanan metod;
2. Maddənin elektrik və maqnit xüsusiyyətlərinin təyininə əsaslanan metod.
3. Maddələrin elektrik və maqnit xüsusiyyətlərinin parametrlərinin təyininə əsaslanan metodlar.

1. Maddənin şüalanmasının təyininə əsaslanan metodlar

Atomların xarici valent elektronlarının energetik keçidinə əsaslanan metoda atom-emission və atom-absorbsion analizləri daxildir.

Atom-emission analiz

1.1. Alov fotometriyası - analiz olunan məhlul qaz lampasında alovlanır. Alovun yüksək temperaturunun nəticəsində atomlar həyəcanlanmış vəziyyətdə keçir. Daxili valent elektronları nisbətən yüksək energetik səviyyəyə keçir. Elektronların əksinə əsas energetik səviyyəyə qayıtması şüalanma ilə müşahidə olunur ki, onun da dalğasının uzunluğu hansı element atomunun alovda olmasından asılıdır. Təyin olunmuş şüalanmanın intensivliyi alovdakı element atomlarının sayına uyğundur, ancaq dalğanın uzunluğu nümunənin tərkibinin keyfiyyətini xarakterizə edir. Alov fotometriyası metodundan əsasən həssas qələvi və qələvi-torpaq metallarının keyfiyyətə və miqdarı təyində istifadə olunur.

1.2. Emission spektral analiz - analiz olunan nümunə qığılcım və ya yanq qövsü vasitəsilə alova çevrilir. Yüksək temperaturun təsiri nəticəsində element atomları həyəcanlanır. Qövsün və ya qığılcımın temperaturu alovun temperaturundan yüksək olduğuna görə çoxlu sayda element atomlarının həyəcanlanmasına səbəb olur. Buna görə də şüalanma müxtəlif dalğa uzunluğuna malik işıq rəqslərinin mürəkkəb qarışığı deməkdir. Bu şüalanmanı xüsusi cihazlarla (spektroqraflarla) tərkib hissələrinə parçalayıb şəkilini çəkirlər.

Atom-absorbsion spektrometriya - atom absorbsiya metodu. Bu metod xüsusi mənbə ilə şüalanan müəyyən dalğa uzunluğuna malik işığın udulmasının təyininə əsaslanır. Mənbə rezonans şüalanma yaradır ki, bu şüalanma da elektronların az enerjiyə malik nisbətən aşağı orbitdən yüksək enerjiyə malik nisbətən yaxın orbitə uyğun gəlir. Alovdan keçən işığın intensivliyi ondakı həyəcanlanmamış atomların sayına uyğundur.

Atom absorbsiya metodundan 3100°C temperaturda yanar qarışıqdan istifadə olunur ki, bu da böyük miqdarda elementlərin təyininə imkan yaradır. Atom-absorbsiya metodu böyük selektivliyi ilə də seçilir, belə ki, nümunədə olan digər elementlər təyin olunan elementə maneçilik göstərmir.

Atomun dərinlikdə olan elektronlarının həyəcanlandırılmasına əsaslanan metodlar rentgen flüorensiya və rentgenemission analiz metodları. Daha geniş yayılmış rentgen-flüorensiya metodunda nümunə rentgen boru vasitəsilə şüalanmaya məruz qalır. Nümunənin atomları həyəcanlanır; atom nüvəsinin orbitinə yaxın olan daxili elektronlar, K-elektronları atomdan xaric olur. Onların yerini nüvənin orbitindən nisbətən uzaqda yerləşən elektronlar tutur. Bu elektronların yerdəyişməsi ikinci rentgen şüalanması ilə müşahidə olunur ki, bu zaman dalğanın uzunluğu funksional asılıqla element atomunun nömrəsi ilə əlaqədardır. İkinci şüalanmanın dalğasının uzunluğunu ölçmək nümunənin tərkibinə hansı elementin daxil olduğunu təyin etməyə imkan verir. İkinci şüalanmanın intensivliyi nümunədə olan elementin miqdarından asılıdır, belə ki, onun ölçülməsi miqdarı rentgenoflüorensiya metodunun əsasını təşkil edir.

Nüvə reaksiyalarına əsaslanan metodlar - radioaktivasiya və ya (onun əsas hissəsi) neytron-aktivasiya analiz metodu. Neytron-aktivasiya analiz metodu atom enerjisinin kəşf olunduğu və atom reaktorlarının yarandığı dövrdən istifadə olunur. Metodun prinsipi aşağıdakı kimidir. Analiz olunun material atom reaktorundakı neytron şüalanmaya məruz qalır. Neytronların elementlərin nüvələri ilə qarşılıqlı təsiri nəticəsində nüvə reaksiyaları gedir və nümunənin tərkibinə daxil olan bütün elementlərin radiaktiv izotopları əmələ gəlir. Sonra nümunə məhlula keçirilir və elementlər kimyəvi metodlarla ayrılır. Təyinin son mərhələsi nümunənin hər bir elementinin radiaktiv şüalanma intensivliyi ölçülməsinə əsaslanır. Paralel olaraq

əvvəlcədən kimyəvi metodla ayrı-ayrı elementlərin tərkibi təyin olunan etalon nümunə analiz edilir. Etalon eyni zamanda reaktorda neytron axını ilə şüalandırılır və kimyəvi metodlarla emal olunur. Etalon və analiz olunan materialın ayrı-ayrı reaksiyaların radioaktiv şüalanma intensivliyini müqayisə etməklə elementlərin miqdarı haqqında nəticə çıxarmaq olar.

Radioaktivasiya metodu ilə elementlərin təyininin həddi çox aşağıdır: 10^{-8} – 10^{-10} faiz tərkibə malik elementləri təyin etmək olur.

2. Maddələrin elektrik və maqnit xüsusiyyətlərinin parametrlərinin təyininə əsaslanan metodlar

Konduktometrik metod - məhlul və ya qazların elektrik keçiriciliyinin təyininə əsaslanır. Beləliklə sulfat turşusunun məhlulda qatılığını təyin etmək üçün bu məhlulun elektrik keçiriciliyini müxtəlif qatılıqlarda elektrik keçiriciliyi verilən cədvəl ilə müqayisə edilir.

Qazlar termokonduktometrik metodla da analiz edilir. Qaz qarışığının içərisinə qızmış platin sim yerləşdirilir və onun elektrik keçiriciliyi ölçülür. Elektrik keçiriciliyi simin temperaturundan asılıdır, hansı ki o da öz növbəsində qaz qarışığının ayrı-ayrı komponentlərinin istilik keçiriciliklərindən asılı olaraq dəyişir. Belə ki, karbon qazının elektrik keçiriciliyi azot və karbon oksidinin elektrik keçiriciliyindən çox fərqlənir. Buna görə də N_2 və CO ilə birlikdə qaz qarışığında olan CO_2 -nin tərkibinin dəyişməsi platin simin elektrik keçiriciliyinə təsir edir. Müxtəlif quruluşa malik termokonduktometrik qaz analizatorları bu prinsipə əsaslanır.

Potensiometriya metodu. Birbaşa potensiometriya və potensiometrik titrləmə metodları bir-birindən fərqlidir. İkinci metodda təyin olunan maddəyə uyğun gələn işçi məhlul ilə titrlənir və bu proses zamanı hər hansı elektrodun potensialı ölçülür. Bu metod kimyəvi analiz metodlarına aiddir, belə ki, o məhlulda kimyəvi reaksiyanın aparılmasına əsaslanır. Birbaşa potensiometriya metodunda kimyəvi reaksiya aparılmır. Sınaq məhluluna yerləşdirilən elektrodun potensialı təyin edilir və sonra uyğun tənliyə əsasən təyin olunan ionların qatılığı hesablanır. Birbaşa potensiometriyanın geniş yayılmış metodu - məhlulların PH-nın şüşə və ya hər hansı digər elektrodlarla təyin olunmasıdır.

Termoelektrik metod. Qızdırılma zamanı poladın digər metodlarla toxunma nöqtəsində yaranan termoelektrik qüvvəsi poladın tərkibində olan karbon və silisiumun tərkibindən asılı olaraq dəyişir. Müxtəlif termoelektrik karbometrlərin işi bu prinsiplərə əsaslanır.

Spektral-kütlə metodu. Mürəkkəb qaz qarışıqları elektrik və maqnit sahələrinin təsiri nəticəsində tərkib hissələrinə bölünür. Bu bölünmə ayrı-ayrı komponentlərin atom və molekul kütlələrinə uyğun aparılır. Bu metoddan izotop qarışıqlarının, inert qaz və ya üzvi maddələrin mürəkkəb qarışıqlarının tədqiqi zamanı istifadə olunur.

3. Maddələrin sıxlığının və digər mexaniki və ya molekulyar xüsusiyyətinin parametrlərinin təyin olunmasına əsaslanan metodlar

Densitometriya - sıxlığın təyininə əsaslanan metoddur. Məhlulların, qaz qarışıqlarının, ərintilərin sıxlığı təyin edilən maddənin qatılığından asılıdır. Analiz zamanı verilən materialın tərkibindəki təyin olunan komponentin miqdarının onun sıxlığından asılılığı əsasında tərtib olunmuş cədvəldən istifadə edilir. Sıxlığı aerometr, piknometr və digər cihazlarla ölçürlər. Bu metoddan spirt, turşu, duz, qələvi və s. məhlulların qatılıqlarının təyin olunmasında istifadə edilir.

Digər metodlar. Materialın hər hansı tərkib hissəsinin miqdarını (%-lə) təyin etmək üçün özlülük (yağın analizi), səthi gərilmə (məhlulların analizi), səsin sürəti (qazların analizi) ölçülür.

Sintez edilən preparatların təmizliyini təyin etmək üçün ərimə və ya qaynama temperaturu ölçülür və s.

1.4. Analiz metodunun seçilməsi

Analiz üçün ən düzgün metodun seçilməsi kimyaçıdan yüksək təcrübəyə malik olmağı tələb edir. Analiz olunan nümunənin kimyəvi tərkibi, laboratoriyanın lazımi avadanlıqlarla təchiz olunması böyük əhəmiyyət kəsb edir.

Hazırlanan məhlulun tərkibində elementin miqdarı təyin olur. Elementin miqdarı təyini nisbətən daha asan həll edilən məsələdir. Bu elementin məhlulda qatılığının hansı həddə olması barədə təx-

mini məlumata malik olmaq vacibdir. Əgər elementin məhlulda qatılığı çox azdırsa onda bu analiz üçün bütün fiziki analiz metodları, kimyəvi analizlərdən - spektrofotometrik, elektrokimyəvi (polyaqrafiya, kulonometriya), kinetik və digər analiz metodları sərfəlidir.

Əgər təyin olunan element analiz edilən materialın əsas hissəsini təşkil edərsə, yəni onun miqdarı çoxdırsa, qravimetrik və titrimetrik metodlardan istifadə etmək məsləhət görülür. Eyni zamanda elə metodlar var ki, məsələn rentgen flüoressensiya metodu, bununla kiçik və böyük miqdarları təyin etmək mümkündür.

Metodun seçilməsi həmçinin hansı miqdarda nümunənin analiz olunmasından asılıdır. Əgər vahid və ya az miqdarda nümunə analiz olunursa fiziki metodun tətbiqinə ehtiyac yoxdur, ən yaxşısı, qravimetriya və ya spektrofotometriya üsulundan istifadə etməkdir. Fiziki metodlarda cihazların vaxtaşırı kalibrə olunması, qrafiklərin qurulması, standart müqayisə nümunələrinin hazırlanması və sairə xeyli vaxt aparır. Buna görə də bu metodlar eyni tərkibə malik böyük seriyada nümunənin analizdə özünü doğruldur. Vahid analizləri kimyəvi metodla aparmaq daha məqsədə uyğundur.

Beləliklə, böyük miqdarda alüminiumu qravimetriya və ya titrimetriya metodu ilə təyin etmək lazımdır. Birincidən o vaxt istifadə olunur ki, analizin yüksək dəqiqliyi vacibdir və analizin uzun müddətə aparılması böyük bir məna kəsb etmir. Əks təqdirdə alüminiumu kompleksanometrik titrləmək məsləhətdir. Analizin dəqiqliyi aşağı olsa da daha tez başa çatır.

Əgər böyük seriya eyni tip nümunələrdə alüminiumun az miqdarda tərkibini təyin etmək vacibdirsə, onda fiziki metodların birindən istifadə etmək məsləhət görülür, ancaq metodun seçilməsi laboratoriyada olan cihazlardan asılıdır.

Əgər analiz olunan material mürəkkəb tərkibə malikdirsə, yəni onun tərkibində müxtəlif nisbətdə yanaşı elementlər varsa onda analiz metodunun seçilməsi çətinləşir. Bu zaman yanaşı elementlərin kimyəvi təbiəti, onların miqdarı və təyin olunan elementlə bu elementlərin xassələri arasındakı oxşarlığı nəzərə almaq lazımdır. Məsələn, sinkin mikro miqdarını polyaqrafiya ilə təyin etmək asandır, amma böyük miqdarda mis və kadmium mane olur, çünki bu elementlər sinkdən əvvəl reduksiya olunur. Onları ardıcıl olaraq ayırmaq lazımdır. Ditizon ilə ekstraksiya-fotometriya metodunu tətbiq etmək daha məqsədə uyğundur. Natrium tiosulfatın iştirakı ilə ditizon ilə sinkin rəngli kompleksi karbon 4-xloridlə ekstraksiya

olunur, mis və kadmium isə sulu məhlulda tiosulfat kompleksləri şəklində qalır: rəngli ekstrakt fotometriya ilə ölçülür.

Dəmirin qravimetrik təyini $\text{Fe}(\text{OH})_3$ -ün ammiakla çökdürülməsi və Fe_2O_3 -ün çəkilməsi yolu ilə aparılır, ancaq bu metoddan məsələn, titanın iştirakı zamanı istifadə etmək olmaz, çünki titanda həll olmayan hidroksid əmələ gətirir. Çökdürücü kimi 8-hidroksixinolin-dən istifadə etmək məqsədəuyğundur. $\text{pH}=3$ olduqda dəmiri tam çökdürür ki, bu zaman titan məhlulda qalır.

Analizə tələb olunan dəqiqlik də böyük rol oynayır. Yüksək dəqiqliyə analizin uzun müddət getməsi ilə nail olunur ki, bu da bir çox əlavə işlərin aparılması ilə əlaqədardır. Məsələn, silikatlarda kalsiumu çox vaxt kalsium oksalat şəklində çökdürməklə təyin edirlər. Maqnezium iştirak etdikdə axırncı az və ya çox miqdarda CaC_2O_4 ilə birgə çökmür. Əgər yüksək dəqiqlik tələb olursa, onda az miqdarda maqneziumun birgə çökməsindən ziyan yoxdur. Əksinə, çox dəqiqlik tələb olunduqda maqneziumun birgə çökməsini tamamilə azaltmaq lazımdır, belə ki çöküntünü bir daha çökdürmək üçün əlavə vaxt tələb olunur.

Yuxarıda göstərilən misallardan görünür ki, analiz olunan materialın tərkibində 2 və ya 3 mane olan element olduqda belə analiz üçün hansı metodun seçilməsi zamanı müxtəlif şəraitlər nəzərə alınmalıdır. Ancaq bir çox real materiallar daha mürəkkəb tərkibə malikdir. Məsələn, silikatların qısaldılmış analizləri zamanı da onlardan SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , SO_3 , K_2O , Na_2O təyin olunur. Bəzi xüsusi hallarda həmçinin ZrO_2 , Cr_2O_3 , V_2O_5 , NiO , CaO , BaO , SrO , BeO , CuO , F^- , Cl^- , B_2O_3 və sairə də təyin edilir. Metallik misdə bismut, sürmə, dəmir, nikel, qurğuşun, qalay, kükürd və s. qarışıqları təyin olunur. Buna görə də analiz metodunun seçilməsi üçün ümumi bir üsul vermək olmaz: analizi yerinə yetirən geniş kimyəvi və mövcud analiz metodları çərçivəsində mükəmməl biliyə malik olmalıdır.

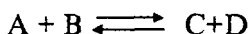
II FƏSİL

HOMOGEN SİSTEMDƏ KİMYƏVİ TARAZLIQ

2.1. Kütlələrin təsiri qanunu

Kütlələrin təsiri qanunu 1884 ildə Norveç alimləri K. Quldbərg və P. Vaage kəşf etmişdilər. Bu kimyanın təməl qanunudur. Analitik kimyada kütlələrin təsiri qanunu bir çox analiz metodlarının nəzəri əsasıdır. O döənən kimyəvi reaksiyalarda tarazlıq vəziyyəti yarandıqdan sonra maddələr arasındakı miqdarı, nisbəti təyin etməyə imkan verir. O reaksiyalara döənən deyilir ki, onlar həm düz, həm də əks istiqamətdə gedir: düz və əks reaksiyaların sürətləri eyni olduqda kimyəvi tarazlıq yaranır.

A və B hissəcikləri arasında gedən qarşılıqlı təsir reaksiyası nəticəsində C və D hissəcikləri alınır.



«Hissəcik» termini dedikdə məhlulda və ya qaz fazada olan elementlərin atom molekul və ya hissəcikləri nəzərdə tutulur.

A və B hissəcikləri arasındakı reaksiyanın sürəti onların kimyəvi tərkibindən, temperaturdan və aktivliklərindən asılıdır. Kütlələrin təsiri qanununu ifadə etmək üçün reaksiyanın sürətinin A və B hissəciklərinin aktivliyindən asılılığı nəzərə alınır. A aktivliyi xəotik hərəkət edən hissəcikləri bir-biri ilə fasiləsiz olaraq toqquşması qabiliyyətini əks etdirir ki, bunun nəticəsində də kimyəvi reaksiya gedir. Məlumdur ki, hissəciklərin aktivliyi, yəni vahid zamanda onların toqquşması nə qədər çox olarsa kimyəvi reaksiyanın sürəti də bir o qədər çox olar. Buradan görünür ki, aktivlik sistemdə hissəciklərin ümumi miqdarının, yəni onların qatılıqlarının artması ilə artır. Buna görə də hissəciklərin aktivliyinin miqdarı kimi bəzi hallarda onların qatılıqları götürülə bilər.

$$a = C$$

Bu bərabərlik ideal qazlar və durulaşdırılmış sulu məhlullar üçün özünü doğruldur. Beləliklə A və B hissəcikləri arasında gedən reaksiyanın sürəti onların qatılıqları ilə düz mütənəsidir.

$$v_1 = k_1 [A][B] \quad (2.1)$$

Müəyyən vaxtdan sonra sistemdə C və D hissəcikləri əmələ gəlir, hansı ki, döənən reaksiya nəticəsində yenidən A və B hissəcikləri yaranır. Əks reaksiyanın sürəti də C və D hissəciklərinin qatılıqları ilə düz mütənasibdir.

$$v_2 = k_2 [C][D] \quad (2.2)$$

v_2 reaksiya sürəti A və B hissəciklərinin qatılıqları azaldıqca azalır. Eyni zamanda əks reaksiyanın sürəti v_2 artır, belə ki, C və D-nin qatılığı tədricən artır. (2.1) və (2.2) tənlikləri kütlələrin təsiri qanununun riyazi yazılış formasıdır. Kimyəvi reaksiyanın sürəti reaksiyaya girən maddələrin qatılıqları ilə düz mütənasibdir. Müəyyən vaxtdan sonra düz və əks reaksiyanın sürəti bərabərləşir.

$$v_1 = v_2 \quad (2.3)$$

və bu zaman tarazlıq vəziyyəti yaranır. Uyğun olaraq,

$$k_1 [A][B] = k_2 [C][D] \quad (2.4)$$

buradan da

$$\frac{[C] \cdot [D]}{[A] \cdot [B]} = \frac{k_1}{k_2} = K \quad (2.5)$$

(2.5) tənliyi kütlələrin təsiri qanunundan riyazi çıxarışdır. Döənən kimyəvi reaksiyalar üçün reaksiya məhsulunun qatılıqları hasilinin başlanğıc maddələrin qatılıqları hasilinə nisbəti sabitdir, K ilə işarə olunur və tarazlıq sabiti adlanır.

Tarazlıq vəziyyəti dinamikidir, yəni A ilə B və C ilə D arasındakı reaksiyalar davam edir. Beləliklə tarazlıq zamanı vahid zamanda nə qədər A və B hissəcikləri reaksiyaya girib C və D alınarsa, o qədər də C və D hissəcikləri reaksiyaya girib A və B alınır.

Ümumi halda reaksiyada əmsallar vahiddən fərqləndikdə



Kütlələrin təsiri qanunu aşağıdakı şəkildə yazılır.

$$\frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b} = K \quad (2.7)$$

Kütlələrin təsiri qanununu termodinamik cəhətdən əsaslandırmaq mümkündür. Yuxarıda göstərilən reaksiya nöinki reaksiya hissəciklərinin qatılıqlarının dəyişməsi, həmçinin sistemin energetik parametrlərinin dəyişməsi ilə də gedir. Termodinamikadan məlumdur ki, Gibbs enerjisi G entalpiya H ilə mütləq temperaturla T entropiyanın S hasilinin fərqinə bərabərdir.

$$G = H - T \cdot S \quad (2.8)$$

Həll olunan maddələr üçün bu enerji nöinki temperatur və təzyiqdən, həmçinin onların qatılıqlarından da asılıdır.

$$G = G^0 + RT \cdot \ln C \quad (2.9)$$

Sabit temperatur və təzyiqdə kimyəvi reaksiya o vaxta qədər davam edər ki, reaksiya məhsulunun sərbəst enerjisinin cəmi reaksiyaya girməyən ilkin maddələrin sərbəst enerjilərinin cəminə bərabər olmasın.

Məhlulda dönən reaksiyaya baxaq.



Sistem o vaxt tarazlıq vəziyyətinə gəlir ki,

$$G_A + G_B = G_C + G_D \quad (2.11)$$

Burada G uyğun indekslərlə A , B , C , D hissəciklərinin enerjisidir. (2.9) tənliyindəki enerjinin qiymətini (2.11) tənliyində yerinə qoysaq alarıq.

$$G_A^0 + RT \ln[A] + G_B^0 + RT \ln[B] = G_C^0 + RT \ln[C] + G_D^0 + RT \ln[D]$$

buradan

$$RT \ln[A] + RT \ln[B] - RT \ln[C] - RT \ln[D] = G_C^0 + G_D^0 + G_A^0 + G_B^0 - G_C^0 - G_D^0 - G_A^0 - G_B^0$$

və ya

$$\Delta \frac{G^0}{RT} = \ln \frac{[C][D]}{[A][B]} \quad (2.12)$$

burada ΔG^0 - A və B reaksiya maddələri ilə C və D reaksiya məhsullarının enerjiləri arasındakı fərqdir.

Nəzərə alaq ki, (2.12) düsturunun sağ tərəfində

$$\frac{[C][D]}{[A][B]} = K \quad (2.13)$$

burada K - tarazlıq sabitidir.

(2.5) və (2.7) düsturları formasında kütlələrin təsiri qanunu ancaq durulaşdırılmış sulu məhlullar və ideal qazlar üçün doğrudur.

Elektrolit. Elektrolitlərin sulu məhlullarında bu qanundan kənara çıxmaların səbəblərinə baxaq. Reaksiyaya girən hissəciklərin qatılıqları artdıqda onlar arasında ionarası və ya molekullararası qarşılıqlı təsir yaranır ki, bu da onların hərəkətlərini yavaşdır. Buna görə də qatılıq artdıqca A və B arasında toqquşmaların sayı qatılıqla düz mütənasib olaraq artmır.

$$a < C \quad (2.14)$$

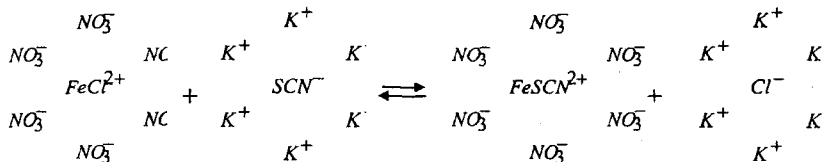
Analoji hal o zaman baş verir ki, tərkibində reaksiyaya girən A və B elementlərinin ionları olan məhlula digər bir qüvvətli elektrolit daxil edilir, hansı ki, o A və B ionları ilə heç bir kimyəvi reaksiyaya girmir. Analitik kimya üçün vacib olan bu hala daha dəqiq baxmaq lazımdır.

Fərz edək ki, $A + B \rightleftharpoons C + D$ reaksiyası gedir, harada ki, reaksiyaya girən ionlar aşağıdakı hissəciklərdən ibarətdir.



Durulaşdırılmış məhlullarda, məsələn komponentlərin milli-molyar qatılıqlarında onlar arasındakı ionlararası qarşılıqlı təsir nəzərə çarpmır və o ionların hərəkətinə tormozlayıcı təsir göstərmir, buna görə də hissəciklərin aktivliyinin A qatılığa bərabər olduğunu hesab etmək olar. $A=C$. Məhlula güclü elektrolit daxil edirik, məsələn KNO_3 , hansı ki K^+ və NO_3^- ionları (2.15) tənliyindəki ionların heç biri ilə reaksiyaya girmir. Buna baxmayaraq reaksiyaya girən ionların hərəkət sürəti, yəni onların bir-biri ilə toqquşmalarının sayı nəzərə çarpmıyacaq dərəcədə azalacaq. Bu zaman ionların aktivliyi qatılıqdan asılı olacaq. Gecikmənin effekti onunla izah olunur ki, K^+ və NO_3^- ionları elektrostatik dartılma qüvvəsinin hesabına reaksiyaya girən ionların ətrafında əks işarəli ionlardan

«ion atmosferi» adlanan bir təbəqə yaradar ki, bunu da sxematik olaraq aşağıdakı şəkildə göstərmək olar.



FeCl_2^{2+} , SCN^- , FeSCN^{2+} və Cl^- ionlarının aktivliyi artıq onların qatılıqlarına bərabər deyil:

$$a < C \quad (2.16)$$

və bu halda kütlələrin təsiri qanununun deyilişində qatılığın yerinə reaksiya ionlarının aktivliyi demək lazımdır.

Reaksiyaya girən ionların qatılıqlarının artması və ya kənar qüvvətli elektrolitlərin məhlulda daxil edilməsi hesabına sistemin ideallıqdan kənarlaşması dərəcəsi aktivlik əmsalı ilə xarakterizə olunur. Bu ədədin (adətən, vahiddən kiçik olur) maddənin (molekul və ya ionlarının) qatılığına hasilin aktivliyinə bərabərdir.

$$a = f C \quad (2.17)$$

Aktivlik və aktivlik əmsalları haqqında anlayışa fiziki kimya kursunda daha ətraflı baxılmışdır. Orada həmçinin Debay və Gyukkel nəzəriyyəsi haqqında da məlumat verilmişdir; hansı ki, bu nəzəriyyənin əsasında məhlulların ion qüvvələrini nəzərə alaraq aktivlik əmsalının hesablanması tənliyi çıxarılmışdır.

Məhlulların ion qüvvəsi μ ionların qatılıqlarının onların yüklərinin kvadratlarının hasilinin yarısına bərabərdir.

$$\mu = \frac{C_1 Z_1^2 + C_2 Z_2^2 + \dots + C_i Z_i^2}{2} \quad (2.18)$$

İonların aktivlik əmsalının ion qüvvəsi ilə əlaqəsi aşağıdakı tənliklə ifadə olunur.

$$\lg f = - \frac{AZ^2 \sqrt{\mu}}{1 + Ba\sqrt{\mu}} \quad (2.19)$$

Burada

A və B həlledicinin təbiətindən asılı olan sabitlər, (məsələn, su üçün 20°C A=0,5046, B = 0,3276),

a – hidratlaşan ionun diametrinə uyğun olan ion ölçüsünün parametridir.

Cədvəl 2.1-də bir neçə qeyri-üzvi ion üçün A kəmiyyətinin qiyməti göstərilmişdir.

A kəmiyyətinin qiyməti 2,5-4,0 Å olan ionlar üçün B-a hasili vahidə yaxın olduğundan (2.19) tənliyini daha sadə formada yazmaq olar.

$$\lg f = \frac{0.5Z^2\sqrt{\mu}}{1+\sqrt{\mu}} \quad (2.20)$$

Qeyri-üzvi ionlar	a	Qeyri-üzvi ionlar	a
Rb ⁻ , Cs ⁺ , Ti ⁺ , Ag ⁺	2,5	Sr ²⁺ , Ba ²⁺ , Cd ²⁺ , Hg ²⁺	5
K ⁺ , Cl ⁻ , Br ⁻ , J ⁻ , NO ₃ ⁻ , NO ₂ ⁻ , OH ⁻ , F ⁻ , SCN ⁻ , HS ⁻ , ClO ⁻	3,0	S ²⁻ , Fe(CN) ₆ ⁴⁻ , Li	6
BrO ₃ ⁻ , JO ₄ ⁻ , ClO ₄ ⁻ , MnO ₄ ⁻ , Hg ₂ ²⁺ , SO ₄ ²⁻ , S ₂ O ₄ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻	3,5	Mg ²⁺ , Be ²⁺	8
PO ₄ ³⁻ , ClO ₄ ⁻ , SeO ₄ ²⁻ , Fe(CN) ₆ ³⁻	4,0	Al ³⁺ , Fe ³⁺ , Cr ³⁺ , Sc ³⁺ , La ³⁺ , Ln ³⁺ , H ⁺	9
Na ⁺ , HCO ₃ ⁻ , H ₂ PO ₄ ⁻ , Pb ²⁺ , CO ₃ ²⁻ , MnO ₄ ⁻	4,5	Th ⁴⁺ , Zr ⁴⁺ , Ce ⁴⁺ , Sn ⁴⁺	11

(2.20) tənliyi ion qüvvəsi $0 < \mu < 0,1$ həddində olan məhlullar üçün doğrudur. Əgər ion qüvvəsi $0 < \mu < 0,1$ həddində olduqda daha düzgün nəticə aşağıdakı tənlik üzrə hesabatda alınır:

$$\lg f = -0,5Z^2 \left(\frac{\sqrt{\mu}}{1+\sqrt{\mu}} - 0,2\mu \right) \quad (2.21)$$

fərz edək ki, (2.15) tənliyində hər bir reaksiyaya girən hissəciyin tarazlıq qatılığı 0,001M-dən yuxarı olmur, daxil edilən elektrolitin KNO₃ qatılığı isə 0,1 M-a bərabərdir. Bu zaman məhlulun ion qüvvəsini hesabla-yarkən reaksiyaya girən ionların qatılığı KNO₃-ün qatılığından çox aşağı olduğundan hesabatda onu nəzərə almamaq olar. Buna görə də

$$\mu = \frac{0,1 \cdot 1^2 + 0,1 \cdot 1^2}{2} = 0,1 \quad (2.22)$$

Buradan FeCl^{2+} və FeSCN^{2+} 2 yüklü ionları üçün

$$\lg f = -0,5 \cdot 4 \cdot \frac{\sqrt{0,1}}{1 + \sqrt{0,1}} = -0,5$$

$$\text{və } f = 10^{-0,5} = 10^{-1} \cdot 10^{0,5} = 0,3$$

SCN^- və C^- bir yüklü ionları üçün isə

$$\lg f = -0,5 \cdot \frac{\sqrt{0,1}}{1 + \sqrt{0,1}} = -0,12$$

$$\text{və } f = 10^{-0,12} = 10^{-1} \cdot 10^{0,88} = 0,76$$

(2.15) reaksiyası üçün (2.5) kütlələrin təsiri qanunu yazarkən ionların tarazlıq qatılıqlarının əvəzinə onların aktivliklərinin yazmaq məsləhətdir. $A = f \cdot \text{Cu}$:

$$\frac{a_C a_D}{a_A a_B} = K^T \quad (2.23)$$

(2.7) tənliyində göstərilən K tarazlıq sabiti qatılıq sabiti adlanır və onun qiyməti nəinki temperaturdan, həmçinin məhlulun ion qüvvəsindən də asılıdır. (2.23) tənliyindəki K^T kəmiyyəti isə termodinamik tarazlıq sabiti adlanır və onun qiyməti məhlulun ion qüvvəsindən asılı deyildir. Analitik kimyada əsasən qatılıq sabitindən istifadə olunur, amma hesabatlarda termodinamik sabitdən istifadə olunur ki, əsasən də $K=K^T$ göstərmək mümkündür.

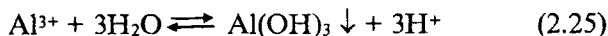
2.2. Kütlələrin təsiri qanununun tətbiqinə aid misallar

Qurğuşunun miqdarı təyini üsullarından biri onun PbSO_4 şəklində çökdürülməsidir.

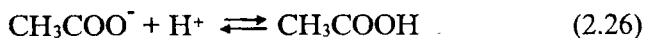


Qurğuşunun hamısını çöküntüyə keçirmək, yəni tarazlığı sağa doğru yönəltmək üçün məhlula sulfat turşusu və ya natrium sulfat əlavə olunur.

Alüminium və dəmiri maqnezium və digər ikivalentli metallardan ayırmaq üçün hidrolizdən istifadə olunur.

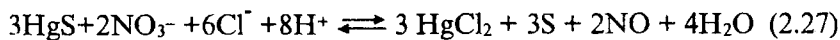


Ancaq bu reaksiya sağ istiqamətdə çox cüzi dərəcədə gedir. Bütün alüminiumu çöküntü halına keçirmək üçün hidrogen ionlarını dissosiasiya olunmayan sirkə molekulu ilə bağlamaq lazımdır. Bunun üçün məhlula natrium asetat əlavə etmək lazımdır.

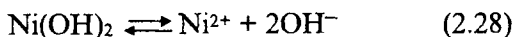


Hidrogen ionlarının qatılığı kəskin aşağı düşür və bütün alüminium hidrogen ionları ilə birləşib az dissosiasiya olunan HgCl_2 cüzi xlorid əmələ gətirir.

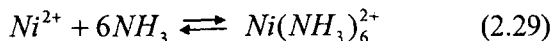
Civə sulfid azot turşusunda çox çətin həll olur, ancaq hidrogen xlorid turşusunun iştirakı ilə çox asan gedir. Bu onunla əlaqədardır ki, xlor ionları civə ionları ilə birləşib az dissosiasiya olunan HgCl_2 cüzi xlorid əmələ gətirir:



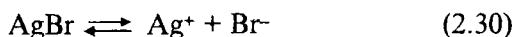
Nikel hidrogen ionları suda praktiki olaraq, həll olmur, onun doymuş məhlulu çox az sərbəst nikel ionları saxlayır.



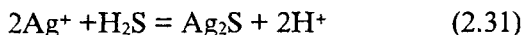
Amma nikel hidrogen ionları amonyakın sulu məhlulunda asan həll olur və nikel ionları ilə nikel ammiakat kompleks ionu əmələ gətirir.



Nəticədə reaksiya məhsulu olan nikel ionlarının qatılığı kəskin azalır və (2.28) reaksiyasının tarazlığı sağa doğru yönəlir. Gümüş bromid suda az həll olur. Doymuş AgBr məhlulunda Br^- ionlarının qatılığı azdır.



Bütün brom ionlarını məhlula keçirmək üçün çöküntünü hidrogen sulfid ilə emal etmək lazımdır.



Gümüş ionlarını bu üsulla çökdürdükdə həll olmayan hidrogen sulfid əmələ gəlir və (2.30) reaksiyasının mühitindən kənarlaşdırılır. Gümüş ionlarının qatılığı kəskin azalır və (2.30) reaksiyasının tarazlığı tamamilə sağa doğru yönəlir. Ayrı-ayrı proseslərin tarazlıq sabitləri reaksiyaya girən maddələrin kimyəvi individuallığı ilə təyin edilir. Elə reaksiyalar var ki, onlar praktiki olaraq tamamilə soldan sağa doğru gedir və böyük tarazlıq sabiti ilə xarakterizə olunur. Gümüş ionları ilə amonyak arasında gedən reaksiya



Praktiki olaraq gümüş amiakatın alınması istiqamətində gedir. Tarazlıq sabiti 10^7 -dir.

Bir çox digər reaksiyalar axıra qədər getmir və bu reaksiyaların tarazlıq sabiti o qədər də böyük olmur. Kadmiumun sianid kompleksi ilə ammonyak arasında gedən reaksiyanı göstərmək olar.

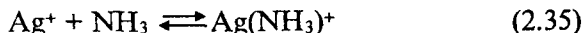


Çox cüzi dərəcədə gedir, tarazlıq sabiti çox azdır.

Müxtəlif növ kimyəvi reaksiyaların tarazlıq sabiti də müxtəlifdir. Turşu-əsas reaksiyalarında tarazlıq sabiti turşu və əsasların dissosiasiya sabitləri ilə ifadə olunur. Məsələn,



Kompleksmələgəlmə reaksiyalarında tarazlıq sabiti kompleks birləşmənin və ya ionun dayanıqlıq sabitidir.



Bu β ilə işarə olunur və aşağıdakı kimi yazılır.

$$\frac{[Ag(NH_3)_2^+]}{[Ag^+][NH_3]^2} = \beta_2 \quad (2.36)$$

az həll olan birləşmələrin tarazlıq sabiti həllolma hasilı adlanır.



Bu həllolma hasilinin sabiti aşağıdakı kimidir.

$$[Ag^+][Br^-] = K = PR \quad (2.38)$$

Miqdarı hesabatlar üçün müəyyən reaksiyaların tarazlıq sabitinin qiymətini bilmək vacibdir. Müxtəlif növ kompleksmələgəlmə, oksidləşmə-reduksiya, turşu-əsas reaksiyaları üçün bu qiymətlər təcrübi olaraq təyin edilib və hesablanmışdır.

Bu sabitlərin qiymətini Y.Y. Luryenin «Справочник по аналитической химии» (1) sorğu ədəbiyyatında cədvəldən tapmaq olar. Ancaq bu cədvəllər bütün kimyəvi reaksiyaları əhatə etmir. Bir çox hallarda mürəkkəb kimyəvi proseslər zamanı sadə reaksiyaların məlum tarazlıq sabitlərinə əsasən riyazi hesabatlar aparmaq lazım gəlir. Ümumi halda MR_n kompleksi ilə R liqandı arasındakı qarşılıqlı təsirə baxaq.



Adətən bu kimi reaksiyaların tarazlıq sabiti cədvəldə göstərilir, ancaq onu aşağıdakı kimi hesablamaq olar.

(2.39) reaksiyası üçün tarazlıq sabitinin düsturunu yazaq:

$$K = \frac{[MR'_m] \cdot [R]^n}{[MR_n] \cdot [R']^m} \quad (2.40)$$

Cədvəldən MR_n və MR'_m kompleksləri üçün tarazlıq sabitinin qiymətini tapmaq olar.

$$\beta_{MR'_m} = \frac{[MR'_m]}{[M] \cdot [R]^n} \quad (2.41)$$

$$\beta_{MR'_m} = \frac{[MR'_m]}{[M] \cdot [R]^m} \quad (2.42)$$

göründüyü kimi $\beta_{MR'_m} / \beta_{MR_n}$ nisbəti (2.39) reaksiyasının tarazlıq sabitinə bərabərdir. Belə ki,

$$K = \frac{\beta_{MR'_m}}{\beta_{MR_n}} \quad (2.43)$$

(2.33) reaksiyasının tarazlıq sabiti

$$K = \frac{[Cd[NH_3]_4^{2+}] \cdot [CN^-]^4}{[Cd[CN]_4^{2-}] \cdot [NH_3]^4} = \frac{\beta_{Cd[NH_3]_4^{2+}}}{\beta_{Cd[CN]_4^{2-}}} = \frac{10^{6.56}}{10^{17.11}} = 10^{-10.55}$$

Tarazlıq sabiti çox kiçikdir, amonyakın qatılığını artırmaqla reaksiyanın tarazlığını sağa doğru yönəltmək mümkündür. Ancaq çox mürəkkəb olmayan hesabat göstərir ki, bu faktorun təsiri çox çüzdür. Aydınır ki, əks istiqamətdə reaksiya praktiki olaraq tam gedir. Hal – hazırda Şvarsenbax və Rinqbom tərəfindən təklif olunan şərti tarazlıq sabitləri geniş yayılmışdır. M metalı ilə R liqandı zəif turşunun anionun kompleksmələgəlmə reaksiyasının misalında şərti tarazlıq sabitlərinin fiziki mənasını aydınlaşdırmaq üçün MR_n kompleksi aşağıdakı tənlik üzrə dissosiasiya olunur.



Həqiqi tarazlıq sabiti

$$\beta_{MR_n} = \frac{[MR_n]}{[M] \cdot [R]^n} \quad (2.45)$$

Sərbəst metal ionu M və R liqandı məhlulunda müxtəlif əlavə reaksiyalar gedə bilər. Metal ionları hidrolizə məruz qala bilər və ya məhlulda olan kənar Y liqandı ilə kompleks ion əmələ gətirə bilər. R liqandı zəif turşu kimi protonlaşmaya meyilli olduğundan protanlaşmanın RH , RH_2 və sairə hissəcikləri əmələ gəlir. Bu proseslə-

rin nəticəsində sərbəst M və R hissəciklərinin ümumi qatılıqları bərabər olmur. Ümumi halda yazmaq olar ki,

$$[M'] = [M] + [MY] + [MY_2] + \dots \quad (2.46)$$

M' – metal ionlarının ümumi qatılığı;
 $[M]$ – sərbəst metal ionlarının qatılığı;
 $[MY], [MY_2]$ və s. – kənar Y liqandı ilə metal ionlarının əmələ gətirdiyi kompleksin qatılığı.

Bu komplekslər üçün sabitlər.

$$\beta'_{MY} = \frac{[MY]}{[M] \cdot [Y]}, \quad \beta'_{MY_2} = \frac{[MY_2]}{[M] \cdot [Y]^2} \quad (2.47)$$

olduğundan (2.46) və (2.47) tənliklərindən

$$\frac{[M']}{[M]} = 1 + \beta'_{MY} [Y] + \beta'_{MY_2} [Y]^2 + \dots = \alpha_{M(Y)} \quad (2.48)$$

$\alpha_{M(Y)}$ kəmiyyəti köməkçi reaksiyaların əmsalı və ya Y ilə qarşılıqlı təsirdə olan M-in α əmsalı adlanır.

RH_1 RH_2 və sairə protonlaşmış hissəciklər əmələ gətirən liqandalar üçün analogi olaraq yazmaq olar.

$$K_1 = \frac{[RH]}{[R] \cdot [H^+]}, \quad K_2 = \frac{[RH_2]}{[R] \cdot [H^+]^2} \quad \text{və sairə} \quad (2.49)$$

$$\frac{[R']}{[R]} = 1 + K_1 [H^+] + K_2 [H^+]^2 + \dots = \alpha_{R(H^+)} \quad (2.50)$$

kimi yazmaq olar. Şərti davamsızlıq sabiti aşağıdakı şəkildədir.

$$\beta'_{MR_n} = \frac{[MR_n]}{[M'] [R']^n} = \frac{[MR_n]}{[M] \cdot [R]^n \alpha_{M\{Y\}} \cdot \alpha_{R(H^+)}} \quad (2.51)$$

Mütləq və şərti sabitlər arasındakı asılılıq aşağıdakı tənlikdə ifadə olunur.

$$\beta' = \frac{\beta}{\alpha_{M(Y)} \cdot \alpha_{R(H^+)}} \quad (2.52)$$

Şerti β' sabiti mütləq β sabitindən onunla fərqlənir ki, şərti sabitin hesablandığı düsturda M' və R' qatılıqları iştirak edir ki, bunlar da MR_n kompleksində bir-biri ilə əlaqəli deyil, ancaq mütləq sabitdə sərbəst M və R ionlarının qatılığı iştirak edir ki, bunlar kompleksin (2.44) tənzimləməsinə uyğun olaraq dissosiasiyası zamanı əmələ gəlir.

Şerti davamsızlıq sabitləri ancaq çox ciddi konkret şəraitdə öz qiymətini sabit saxlayır, (pH-ın sabit qiymətində və kənar liqandların sabit qatılıqlarında). Bu sabitdən o hallarda istifadə olunur ki, α kəmiyyəti və onun pH-dan və ya kənar liqandın qatılığından asılılığı məlum olsun.

Şerti sabitdən analitik kimyada istifadə olunması onunla izah olunur ki, analitik kimyaçını çox zaman məhlulda olan bütün birləşmələrin qatılıqları maraqlandırmır. Əksər hallarda ona lazım olan verilmiş reaksiyanın getmə ardıcılığını bilmək vacibdir ki, bu reaksiyada əmələ gələn MR_n kompleksinin qatılığı ilə xarakterizə olunur. Kompleksonometrik titrləmədə kimyaçı üçün vacib deyil ki, etilen-diaminsirkə turşusu kompleksində və metal birləşmələrində metal ionunun hansı formada olduğunu bilmək. Əsas məsələ nə qədər metal ionunun titrant ilə reaksiyaya girməsini təyin etməkdir.

Tarazlıq sabitləri temperaturdan asılıdır. İstiliyin udulması və ayrılması ilə gedən reaksiyalara temperatur müxtəlif cür təsir edir. Ekzotermik reaksiyanın tarazlığı temperaturun artması ilə sola doğru yönəlir, buna uyğun olaraq tarazlıq sabitləri azalır. Endotermik reaksiyada isə, əksinə temperaturun artması ilə tarazlıq sabitlərinin qiyməti artır. Məhlullarda tarazlıq sabitinin qiyməti temperaturdan az asılıdır, çünki reaksiyalar adətən 80-90°C-dən yüksək olmayan temperaturda gedir. Analitik kimyada reaksiyalar adətən məhlullarda getdiyindən, tarazlıq sabitlərinin temperaturdan asılı olaraq cüzi dəyişməsi nəzərə alınmır. Qazlar arasında gedən reaksiyalarda isə əksinə temperaturun dəyişməsi reaksiyaların tarazlıq sabitlərinin lazım olan istiqamətdə dəyişməsinin ən effektiv üsullarından biridir. Qaz fazada təzyiğin dəyişməsi reaksiyanın tarazlıq sabitinə çox böyük təsir göstərir, ancaq məhlullarda isə təzyiğin nisbətən kiçik hədlərdə dəyişməsi reaksiyanın gedişinə demək olar ki, heç bir təsir göstərmir.

III FƏSİL

ANALİZ NƏTİCƏLƏRİNİN DÜZGÜNLÜYÜ VƏ STATİSTİK TƏHLİLİ

Miqdari kimyəvi analizin vəzifəsi - analiz olunan materialda ayrı-ayrı elementlərin tərkibinin təyini. Analizə qoyulan əsas tələb ondan ibarətdir ki, alınan nəticələr nümunənin tərkibindəki elementlərin həqiqi tərkibini əks etdirdirsin. Analizin nəticəsi bu tələbə o vaxt tam cavab verəcək ki, analiz zamanı bütün əməliyyatlar düzgün yerinə yetirilsin.

İstənilən analitik təyini üç mərhələyə bölmək məqsədəuyğundur:

1. nümunənin götürülməsi.
2. analizin aparılması.
3. analizin nəticələrinin statistik təhlili.
4. Hər bir mərhələyə ayrı-ayrılıqda baxmaq.

3.1. Nümunənin götürülməsi

Laboratoriyaya gətirilən materialın nümunəsi mütləq bircinsli olmalıdır, belə ki, nümunə ilə analiz olunan obyektin bütün partiyalarının tərkibi eyni olmalıdır. Müəssisəyə adətən böyük partiya ilə xammal və materiallar gətirilir. Hər şeydən əvvəl bu material bircinsli olmur, belə ki, onun içərisində müxtəlif ölçüdə hissələr olur. Nümunəni elə götürmək lazımdır ki, o öz tərkibinə görə materialın bütün partiyasına uyğun gəlsin.

Hər bir cins materialın analizi üçün xüsusi nümunə götürülmə qaydaları mövcuddur. Aşağıda nümunə kimi bərk materialların, metallurgiya zavodlarına daxil olan dəmir filizi nümunəsindən analiz götürməyi qaydaları göstərilmişdir. Filiz olan dəmir yol platformasında materialdan nümunə götürülən yer, mörtəridə olan ədədlə isə analizin götürülmə dərinliyini (metrlə) göstərməlidir. Platformadan 20 ayrı-ayrı nöqtələrdən nümunə götürülməlidir. Dəmir yol platformasının sayı 30-40 ədəd ola bilər, məhz hansı vaqonlardan analiz nümunəsinin götürülməsinə dair xüsusi təlimat mövcuddur.

Analiz üçün götürülən materialın çəkisi, məsələn, 10 kq və ya çox ola bilər. Laboratoriya nümunəsi (0,5-1 kq) götürmək üçün bu

materialın ierisindəki nisbətən iri hissələri əzib qarışdırmaq lazımdır. Material konus şəklində tökülür və sonra dairə şəklində yayılır, 4 hissəyə bölünür, iki əks sektorda olan material atılır, yerdə qalan ikisi isə xırdalanır, yenidən konus şəklində səpilir, dairə kimi yayılır, 4 hissəyə bölünür. Bu əməliyyat nümunə 1-2 kq qalana qədər təkrarlanır. Laboratoriya nümunəsi yenidən xırdalanır və yuxarıdakı üsul ilə azaldılır. Analiz üçün adətən 1 qram, təyin olunan elementin tərkibi az olduqda 5-10 qram, bəzi hallarda isə 100 qram götürülür. Nümunənin götürülməsi analizin çox məsuliyyətli və vacib əməliyyatıdır. Nümunə düzgün götürülmədikdə analizin digər əməliyyatlarını yerinə yetirmək mənasızdır.

3.2. Analizin müxtəlif mərhələlərində buraxıla bilən xətlər

Mürəkkəb materialların kimyəvi analizi zamanı adətən bir sıra müxtəlif əməliyyatlar yerinə yetirilir. Bu əməliyyatların bir hissəsi mexaniki xarakter daşıyır, digər hissəsi isə müxtəlif şəkilli kimyəvi reaksiyalarla həyata keçirilir. Məsələn, əhəngdə kalsiumun faizlə miqdarının təyininə aşağıdakı əməliyyatlar daxildir.

1. Lazmi miqdarda əhəngin analitik tərəzidə çəkilməsi.
2. Onun stəkana tökülməsi.
3. Çəkinin xlorid turşusunda həll edilməsi və bunun nəticəsində müəyyən miqdarda karbon -2 oksidin ayrılması.
4. Məhlulun qızdırılması.
5. Məhlulə çökdürücü – ammonium oksalatın əlavə olunması.
6. Turş məhlulun ammoniyakla qələvi reaksiyaya qədər neytrallaşdırılması.
7. Ayrılan kalsium oksalatın çökdürülməsi.
8. Bulanıq məhluldan çöküntünün filtirlənmə ilə ayrılması
9. Filtirdə çöküntünün yuyulması.
10. Çöküntü ilə birlikdə filtirin quruducu şkafda qurudulması.
11. Çöküntünün filtr ilə birlikdə putaya keçirilməsi.
12. Filtirin yandırılması və temperatur altında çöküntünün közərdilməsi, bu zaman kalsium oksalat çəki formasına - kalsium karbonat və ya oksid halına keçir.
13. Çöküntünün putada eksikatora soyudulması.
14. Soyudulmuş çöküntünün puta ilə birlikdə çəkilməsi.

15. Analizin nəticələrinin hesablanması.

Düzgün nəticəyə ancaq bütün yuxarıda göstərilən əməliyyatlar dəqiq və ehtiyatla yerinə yetirildikdə nail olmaq olar. Amma bu zaman da ayrı-ayrı xətalara olmağı danılmazdır. Məsələn, analitik tərəzidə xəta $\pm 0,0001$ qram təşkil edir. Çəkini stəkana keçirdikdə azca itkiyə yol vermək mümkündür. Çəkini xlorid turşusunda həll etdikdə məhlulun müəyyən hissəcikləri ayrılan CO_2 qazı ilə birlikdə stəkandan xaric ola bilər. Çox dəfəli yuma çöküntünün müəyyən hissəsinin yuyularaq filtrata keçirməsinə səbəb ola bilər. Aşağı temperaturda közərtmə zamanı kalsium oksalat kalsium karbonata tamamilə keçmədiyindən yüksək temperaturda közərtmə aparılmalıdır ki, bu zaman da kalsium karbonatın bir hissəsi oksidə çevrilir. Közərdilmiş çöküntünün eksikatora uzun müddət soyudulması (əsasən əgər çəki forması - kalsium oksiddir) bu kütlənin hidroskopik olmasından onun çəkisinin artmasına səbəb olur.

Yuxarıda qeyd olunan və analiz zamanı ortaya çıxan bir sıra xətalara cəmlədikdə alınan ümumi xəta təyin olunan elementin həqiqi miqdarı ilə analiz nəticəsində alınan miqdarı arasındakı fərqə bərabərdir. Xətanın qiyməti müsbət və mənfi ola bilər. Ancaq bir qayda olaraq tapılan qiymət çox və ya az miqdarda həqiqi qiymətdən fərqlənir.

Xətalara xarakterinin analizi göstərir ki, onlar sistemativ və təsadüfən ola bilər. Sistemativ xətalara bu və ya digər kəmiyyətin təkrarən ölçülməsi zamanı dəyişməz qalır, onun mənbəyini işə diqqətli yanaşdıqda təyin etmək və aradan qaldırmaq olar. Sistemativ xətalara analizi yerinə yetirənin individual xətası aiddir. Ekvivalentlik nöqtəsində indikatorun rənginin dəyişməsinə təyin edən zaman səhvə yol vermək olar, bu işə titrləməni aparən hər bir kimyaçının fərdi olaraq rəngi seçmə qabiliyyəti ilə izah olunur. Yaxşı hazırlanmamış kimyaçı işə ümumiyyətlə indikatoru səhv seçər. Məsələn, buranın hidrogen xlorid turşusu ilə titrlənməsi zamanı metil çəhrayı və ya metil qırmızı indikatorundan istifadə etmək düzgündür, fenofaleindən istifadə isə kobud səhvə yol vermək deməkdir.

Digər növ sistemativ xətalara avadanlıq xətalara aiddir. Məsələn, onlara , düzgün kalibrənməmiş müxtəlif ölçü avadanlıqlarından, keyfiyyətsiz ölçü qablarından istifadə edilərkən yol verilən xətalara aiddir. Nominal tutumu 25 ml olan ölçü pipetkası ilə əslində 25,2 və ya 24,8 ml məhlul götürülür. Paralel aparılan analizlər eyni nəticə versə də, nəticədə xəta yol verilir. Nəhayət metodiki xətalara mümkündür.

Alüminium oksid Al_2O_3 hidroskopikdir. Bu birləşmədən çəki formasında istifadə olunması nisbətən yüksək nəticənin alınmasına səbəb olur. Xətaya yol verməmək üçün analizi dəqiq yerinə yetirmək lazımdır. Qravimetrik təyin məqsədilə qurğuşun sulfat çəkilərkən çöküntünün müəyyən qədər suda həll olması nəticəsində mənfi xəta alınır. İki valentli qalayın yodometrik təyini zamanı qalayın havanın oksigeni ilə müəyyən qədər oksidləşməsi hesabına mənfi xəta alınır. Yuxarıdakı misallarda sistemativ xətalara səbəbi analizdə istifadə olunan birləşmələrin kimyəvi xassələrindədir. Digər hallarda xətalara mənəbəyi məhlul və reagentlərdə kənar maddələrin qarışığının olmasıdır. Məsələn, hidrogen xlorid turşusunun tərkibində çox hallarda dəmir (III) birləşmələri olur. Bu səbəbdən də dəmirin (III) fotometrik üsulla təyini zamanı kimyəvi təmiz xlorid turşusundan istifadə etmək vacibdir. Əks halda analiz olunan materialda tapılan dəmirin miqdarı onun həqiqi miqdarından çox olacaq.

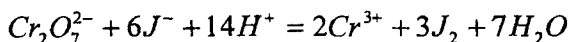
Yuxarıda deyildiyi kimi sistemativ xətanı əgər onun mənəbəyi məlumdursa, hər zaman aradan qaldırmaq və ya azaltmaq mümkündür.

Ancaq elə qrup xətalara mövcuddur ki, bir çox səbəblərdən onları aradan qaldırmaq mümkün deyil. Bu xətalara təkrar ölçü zamanı yol verilən təsadüfi xətalara aiddir. Bunlar ona gətirib çıxarırlar ki, eyni şəraitdə hər hansı bir elementin təyini heç bir vaxt əvvəlki nəticə ilə üst-üstə düşmür, bu zaman bir neçə nəticədən orta qiymət çıxarılır.

3.3. Analizin düzgünlüyü

Analizin düzgünlüyü analizin orta və həqiqi qiymətləri arasındakı fərqlə xarakterizə olunur. Analizin düzgünlüyü o halda tam təmin olunur ki, sistemativ xətalardan tam azad olmaq mümkün olsun. Analizin düzgünlüyünü təyin etmək üçün bir sıra təcrübə metodlarından istifadə olunur. Bunlara aşağıdakı metodlar aiddir:

1. İki və ya bir neçə asılı olmayan metodlarla analizin yerinə yetirilməsi. Məsələn, qurğuşunu sulfat ($PbSO_4$) şəklində təyin etmək olar. Yodometriya üsulu ilə qurğuşunun təyini onun $PbCrO_4$ xromat şəklində çökdürülməsi ilə həyata keçirilir, sonra çöküntü filtdən keçirilir, yuyulur, turşuda həll edilir və üzərinə kalium yodid əlavə olunur.



Ayrılan yod natrium tiosulfat ilə titrlənir. Kompleksonometrik təyin üsulunda qurğuşun ionları etilendiamintetrasirkə turşusu məhlulu ilə titrlənir. Nəhayət, qurğuşunu elektrolitik üsulla təyin etmək olar ki, bu zaman qurğuşun (IV) iki oksid anodda ayrılır və alınan çöküntü çəkilir.

Əgər bütün metodlar eyni nəticə verirsə, onda tam əmin olmaq olar ki, analiz düzgün yerinə yetirilib. Bundan sonra qurğuşunu yuxarıda baxılan metodların hansı biri ilə təyin edilməsinə tam ümid bəsləmək olar.

2. Standart nümunələrdən istifadə olunması. Standart nümunələr materialın kimyəvi tərkibinin etalonlarıdır. Xüsusi olaraq standart nümunələrin hazırlanması və attestasiyası ilə məşğul olan təşkilatlar mövcuddur. Məsələn, qara metal və ərintilərin - çuqun, polad və sairə - nümunələrini Yekatrınburq şəhərində standart nümunələr institu-tunda hazırlayırlar. Əlvan metalların standart nümunələrinin hazırlanması və attestasiyası əlvan metallurqiyanın elmi tədqiqat və layihə institutunda həyata keçirilir. Standart nümunələrin attestasiyası - dünyanın məsuliyyətli laboratoriyalarında nümunələrin tərkibində olan ayrı-ayrı elementlərin bir neçə daha etibarlı üsullarla dəqiq təyin edilməsi deməkdir. Alınan nəticələr dəqiq təhlil olunur və son-ra bu nəticələrin əsasında hər bir elementin orta miqdarı çıxarılır. Məsələn, müəyyən markalı alüminium ərintisində (%-lə) elementlərin tərkibi belədir: Mg - 1,56, Si - 0,90, Mn - 0,65, Cu - 4,48, Zn - 0,28, Ni - 0,058 və s.

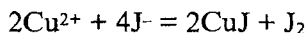
Hər bir standart nümunə xüsusi sənədlə - pasportla təchiz edilir ki, burada da ayrı-ayrı elementlərin attestasiya olunmuş miqdarları göstərilir. Hər hansı bir materialın analizinin düzgünlüyünü təyin etmək üçün laboratoriyada olan standart nümunələrdən eləsi seçilir ki, o öz tərkibinə görə müəyyən analiz edilən nümunənin fərz edilən tərkibinə uyğun gəlsin. Sonra paralel olaraq standart nümunənin və analiz olunan nümunənin analizi aparılır, ayrı-ayrı elementlərin miqdarı təyin edilir. Hesab edilir ki, əgər ayrı-ayrı elementlərin miqdarı standart nümunənin pasportunda göstərilənlərlə uyğun gəlsə onda istifadə olunan metod düzgün nəticə verir.

3. Əlavələr metodu. Bəzi nümunələrə dəqiq miqdarı məlum olan element əlavə edilir və paralel analiz olunur. Əlavəsiz və əlavə ilə birlikdə olan nümunədə təyin olunan elementin miqdarı düzgün analiz zamanı əlavənin miqdarına uyğun gəlir. Məsələn, məhlulda dəmiri təyin etdikdə görüldüyü kimi, nümunə əlavəsiz 0,2378 qram Fe_2O_3 , əlavə ilə 0,1000 qram Fe_2O_3 əlavə etməklə 0,3375 qram Fe_2O_3 təşkil edir. Fərq 0,0997 qram təşkil edir, bu isə təxminən əlavə edilən dəmirin miqdarına bərabərdir. Analizi düzgün hesab etmək olar.

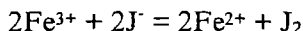
Hər hansı bir materialın tam analizi zamanı bütün komponentlərin miqdarı 100%-ə bərabər olmalı və ya çox cüzi fərqlənməlidir. Məsələn, silikatın analizi zamanı onun tərkibində aşağıdakı komponentlər: SiO_2 , Fe_2O_3 , TiO_2 , Al_2O_3 , MnO , CaO , MgO , Na_2O , K_2O , P_2O_5 və s. təyin edilir. Əgər göstərilən tərkib hissələrinin miqdarı cəmi 100% -dən müəyyən dərəcədə fərqlənirsə analiz düzgün hesab edilmir. Yəqinki haradasa kobud xəətaya yol verilib. 100%-ə yaxın olan nəticənin alınması analizin düzgünlüyünə inam verir, ancaq bu zaman da xəta qaçılmazdır. Məsələn, əgər metal oksidlərinin çöküntüsündə titan təyin edilməyibsə, onda alüminium üçün alınan nəticə yüksək olacaq, ancaq cəm 100%-ə yaxın olur.

Yuxarıda göstərilən üsullardan əsasən ilk ikisi analizin düzgünlüyü haqqında nəticə çıxarmağa əsas verir. Ancaq sistemətik xəəələr danılmazdır. Vacibdir ki, onlar müəyyən həddi aşmasın. Analizin nəticələrinin təyininin sistemətik xəəələrin miqdarından asılılığına baxaq. Bəzi hallarda alınan nəticə həqiqi qiymətdən həmişə ancaq bir kəmiyyətdə yol verilən xəətaya görə fərqlənir. Məsələn, qurğuşunu təyin edərkən o, $PbSO_4$ şəklində çökürülür və çöküntü su ilə uyulur. Nəticədə qurğuşun sulfatın nəzərə çarpacaq dərəcədə həll olması hesabına yaranan itkilər ilə əlaqədar olaraq həmişə mənfə sistemətik xəətaya yol verilir. Bu xəta filtirdə olan çöküntünün miqdarından asılı olmayaraq həmişə eyni qiymət olur. Nisbi xəta isə çəkinin artması ilə artır. Məsələn, həllolma zamanı itki 0,5 milligram; $PbSO_4$ -ün kütləsi 0,01 qram olduqda 5%, ancaq çöküntünün miqdarı 0,1 qrama qədər artdıqda nisbi səhv 0,5%-ə qədər azaldılır. Digər hallarda sistemətik xəəələr analizin nəticəsinə əksinə təsir edir. Analiz olunan materialın çəkisinin artırılması zamanı mütləq xəta artır, ancaq nisbi xəta əvvəlki kimi qalır. Buna misal olaraq tərkibində dəmir birləşmələri olan ərintilərdə misin yodometrik təy-

inini göstərmək olar. Mis ionları kalium yodid ilə reaksiyaya girib, ekvivalent miqdarda sərbəst yodu ayırır.



Ayrılan yod tiosulfat natrium ilə titrlənir və titrə gedən miqdarda əsasən nümunədə misin miqdarı hesablanır. Ancaq dəmir ionları yod ionları ilə reaksiyaya girib sərbəst yodun ayrılmasına səbəb olar.



Buna görə də dəmir (III) iştirak edən ərintidə misin miqdarı çox alınır. Bu zaman çəkinin ölçüsü artdıqca mütləq xəta artır. Ancaq nisbi xəta analiz üçün götürülən materialın miqdarından asılı deyil. Fərz edək ki, 0,1 qram çəki üçün mütləq müsbət xəta 0,2 milliqram təşkil edir, onda 0,2 qram üçün 0,4 milliqrama qədər artacaq, ancaq hər iki halda nisbi xəta dəyişməz qalır.

$$\frac{0,0002 \cdot 100}{0,1} = \frac{0,0004 \cdot 100}{0,2} = 2\%$$

3.4. Analizin nəticələrinin statistik təhlili

Nəticələrin statistik təhlilinin əsasını analizin təsadüfə xətalari təşkil edir. Deyildiyi kimi, təsadüfə xətalərin mənbəyi o qədər müxtəlifdir ki, onları əvvəldən nəzərə almaq və aradan qaldırmaq mümkün deyil. Bu xətalər ona gətirib çıxarır ki, bir neçə paralel təyinin nəticələri heç vaxt üst-üstə düşmür. Onlar bir orta kəmiyyətin ətrafında səpələnir. Səpələnmənin dərəcəsi analizin məhsuldarlığını xarakterizə edir. Paralel aparılan analizlərin nəticələrinin geniş ölçüdə səpələnməsi aşağı məhsuldarlığa dəlalət edir. Əksinə ayrı-ayrı nəticələr bir-birindən nə qədər az fərqlənirsə analizin məhsuldarlığı bir o qədər yüksək olur. Analizi yerinə yetirənin apardığı bütün əməliyyatlara diqqətli və səlis yanaşması zamanı məhsuldarlıq daha da artır.

Analizin nəticələrinin statistik təhlilinin iki əsas vəzifəsi vardır. Birinci vəzifə ondan ibarətdir ki, müxtəlif əməliyyatların kompakt formaya salınması. İkinci vəzifə alınan nəticələrin etibarlı olmasını

nümunədə elementin həqiqi miqdarına uyğunluğunun dərəcəsini qiymətləndirmək.

Paralel analizlərin nəticələrinə təsadüfi xətalərin təsirinə baxaq. Fərz edək ki, 16 paralel analiz aparılmışdır. Onlardan 4 xəta mənbəyi mövcuddur. Hansı ki, eyni kəmiyyətə malik mənfə və müsbət xətalara səbəb olur. Mənfə və müsbət xətalər kompensasiya oluna bilər, buna görə də bəzi hallarda xəta olmur; digər hallarda, xəta bir işarəyə malik olduqca, onlar cəmlənilir və bu zaman səhv böyük olur.

Cədvəl 3.1.

Analizin aparılması zamanı mümkün xətalərin kombinasiyası

Paralel təyirlərin №-si	Xətalərin kombinasiyası	Təsadüfi xətalərin qiyməti	Xətalərin nisbi tezliyi
1	++++	4	1
2	-+++		
3	+ - ++		
4	++ - +	2	4
5	+++ -		
6	-- ++		
7	++ --		
8	- + - -	0	6
9	+ - - +		
10	+ - - -		
11	- + - +		
12	+ - - -		
13	- + - -	-2	4
14	-- + -		
15	- - - +		
16	- - - -	-4	1

Sıfır təsadüfi xəta 16 təyirdən 6-da yaranır. Təsadüfi xəta nə qədər çoxdursa, onun yaranma tezliyi bir o qədər azdır. 2 vahidində xəta 16 təyirdən 4-də, 4 vahidində isə cəmi 1 dəfə müşahidə olunur. Bundan sonra müsbət və mənfə səhvlərin yaranması zərurəti eynidir.

Analiz zamanı ölçmənin sayı çox olduqda təsadüfi səhvlər xüsusi qanunlar üzrə bölünür.

1. Sıfır və ona yaxın olan səhvlər maksimum yaranma tezliyinə malikdir.

2. Müxtəlif işarəyə (müsbət və mənfi) malik kənarçıxmaların yaranması mümkünlüyü eynidir.
3. Səhvlərin artması mümkünlüyü onların yaranmasını azaldır.

Bu qanunauyğunluqların qrafiki təsviri Qauss əyrisi və ya xətlərin normal paylanması əyrisi ilə göstərilmişdir. Əyri təcrübə olaraq çoxlu sayda müşahidələrin nəticələrinə əsasən qurulmuşdur. Paylanma əyrisini riyazi tənliklə ifadə etmək olar. Bu tənlikdə standart səhv τ

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \mu)^2}{n}} \quad (3.1)$$

*Burada: X_i - ölçülən kəmiyyətin ölçülən və həqiqi qiyməti,
n - müşahidələrin sayı.*

Burada standart səhvin kvadratı dispersiya adlanır:

$$\sigma^2 = \frac{\sum(X_i - \mu)^2}{n} \quad (3.2)$$

Nəzəriyyəyə görə xətlərin normal paylanması əyrisini (Qauss əyrisi) aşağıdakı tənliklə ifadə etmək olar:

$$y = \frac{e^{-(x - \mu)^2 / 2\sigma^2}}{\sigma\sqrt{2\pi}} \quad (3.3)$$

Burada:

*y - hər bir qiymətin yaranma tezliyi,
x - vahid ölçü,
 μ - ölçülən kəmiyyətin həqiqi qiyməti.*

$$Z = \frac{x - \mu}{\sigma} \quad (3.4)$$

Şərti olaraq $\mu = 0$ qəbul etsək və $\sigma = 1$ götürsək (3.3) tənliyi aşağıdakı şəkəldə düşər.

$$y = \frac{-Z^2 / 2}{\sqrt{2\pi}} \quad (3.5)$$

Qaus əyrisi ilə absis oxu arasındakı sahəsi

$$S = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-Z^2/2} dZ \quad (3.6)$$

Riyaziyyatdan məlumdur ki, $\int_{-\infty}^{+\infty} e^{-Z^2/2} dz = \sqrt{2\pi}$. Buna görə də

(3.6) inteqralı vahidə (və ya 100%) bərabərdir.

Qaus funksiyasının intervalında inteqrallanmasından alınan sahə vahidə bərabərdir. (3.6) tənliyini $1-\sigma$ -dan $1+\sigma$ -yədək hədudlarda inteqrallasaq,

$$S = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{Z=-1}^{Z=+1} e^{-Z^2/2} dZ = 0,683 \text{ və ya } 68,3\% \quad (3.7)$$

Analoji olaraq (3.6) tənliyini $Z=-2$ -dən $Z = 2$ -dək və $Z=-3$ -dən $Z=3$ -dək hədudlarda inteqrallasaq,

$$S = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{Z=-2}^{Z=+2} e^{-Z^2/2} dZ = 0,955 \text{ və ya } 95,5\% \quad (3.8)$$

$$S = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{Z=-3}^{Z=+3} e^{-Z^2/2} dZ = 0,997 \text{ və ya } 99,7\% \quad (3.9)$$

(3.9) tənliyindən $\pm\sigma$ sahəsində ölçmənin yaranma ehtimalı 68,3%-ə bərabərdir, yəni 100 haldan 68,3-də hər hansı bir verilən vahid ölçmənin təsadüfi xətası $\pm\sigma$ -dan azdır (və ya bərabərdir). Analoji olaraq (3.8) və (3.9)-dən belə nəticəyə gəlirik ki, 100 haldan 95,5 və 99,7-də verilən vahid ölçmənin təsadüfi xətası $\pm 2\sigma$ və ya $\pm 3\sigma$ -dan azdır (və ya bərabərdir).

Beləliklə, etibarlı ehtimal hər bir qiyməti üçün normal səpələnmə əyrisinin altındakı sahənin ümumi sahəyə olan nisbətidir. Digər sözlərlə desək, etibarlı ehtimalın 68,3 % olması $Z=1\sigma$ deməkdir, yəni 100 haldan 68,3-də verilmiş vahid ölçmənin təsadüfi xətası 1σ -dan az olacaq. Etibarlı ehtimalı 95,5% $Z=2\sigma$.

Beləliklə, etibarlı ehtimal vahid standart səhv ədədinə yəni Z kəmiyyətinə görə hesablanır. Öz növbəsində etibarlı ehtimalın hər bir qiymətinə Z -in müəyyən bir qiyməti uyğundur. Etibarlı ehtimalın Z -in müxtəlif qiymətlərində qiyməti aşağıda göstərilmişdir.

P, %	50	68	80	90	95	96	99,7	99,9
Z	± 0,67	± 1,00	± 1,29	± 1,64	± 1,96	± 2,00	± 3,00	± 3,2

Adi şəraitdə 4-5 paralel analiz aparılır. Bundan əlavə μ kəmiyyətinin həqiqi qiyməti çox nadir hallarda məlum olur. Buna görə də μ -nün əvəzinə $\bar{\chi}$ götürülür.

$$\bar{\chi} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + \dots}{n} \quad (3.10)$$

Standart kənarçıxma S aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{\chi})^2}{n - 1}} \quad (3.11)$$

Standart kənarçıxma məhsuldarlığın miqdarı xarakteriskasıdır və $(x_i - \bar{\chi})^2 = 0$ olduğu zaman sıfıra bərabər olur.

İki kimyaçı tərəifindən aparılan hər hansı bir nümunənin analizi zamanı hesablanan standart kənarçıxma qiymətlərinin tutuşdurulması analizin yerinə yetirilməsinin keyfiyyətini qiymətləndirməyə imkan verir. Məsələn, 2 müxtəlif laboratoriyalarda hansısa bir materialın tərkibində alüminium oksidin (%-lə) təyin olunmasının nəticələri aşağıda göstərilmişdir.

Birinci laboratoriya - 5,24; 5,37; 5,33; 5,38; 5,28

$$\bar{\chi} = \frac{26,6}{5} = 5,32$$

İkinci laboratoriya - 5,26; 5,41; 5,49; 5,22; 5,48

$$\bar{\chi} = \frac{26,9}{5} = 5,37$$

Hər iki laboratoriyada alınan orta nəticə bir-biriinə çox yaxındır. Bu analizin düzgünlüyünə dəlalət edir, yəni sistematik səhvlər yoxdur. Bundan əlavə hər iki laboratoriyada standart meyllərin hesabı aşağıdakı kimidir.

Birinci laboratoriyada standart kənarçıxma:

$$S = \sqrt{\frac{64 \cdot 10^{-4} + 25 \cdot 10^{-4} + 1 \cdot 10^{-4} + 36 \cdot 10^{-4} + 16 \cdot 10^{-4}}{4}} = 0,06$$

İkinci laboratoriyada standart kənaraxıxma:

$$S = \sqrt{\frac{121 \cdot 10^{-4} + 16 \cdot 10^{-4} + 144 \cdot 10^{-4} + 225 \cdot 10^{-4} + 121 \cdot 10^{-4}}{012}} = 0.12$$

İkinci laboratoriyada standart kənaraxıxma birinciyə nisbətən 2 dəfə böyükdür. Aydındır ki, bu hal analizi yerinə yetirənin aşağı dərəcəli olması və ya diqqətsizliyinin nəticəsidir. Ancaq bu fərq təsadüfi səhvədən də ola bilər. Bu məsələni həll etmək üçün F kriteriyası (Fişer kriteriyası) cəlb edilir. İki dispersin nisbəti hesablanır.

$$F = \frac{S_2^2}{S_1^2} \quad (S_2^2 > S_1^2)$$

Bu nisbət cədvəldə verilmiş müvafiq etibar ehtimalı (adətən $P = 0,95$ götürülür) üçün verilmiş göstəricilərlə müqayisə edilir.

Aşağıda $P=0,95$ olduqda F kriteriyasının qiymətləri göstərilmişdir, n_1 və $n_2 \rightarrow$ uyğun olan paralel nəticələrin sayıdır.

Cədvəl 3.2.

$n_1 \backslash n_2$	3	4	5	6	7	8
3	1,9	1,9	1,9	19,15	19,3	19,35
4	9,5	9,3	9,1	9,0	8,9	8,85
5	7,0	6,7	6,4	6,3	6,2	6,0
6	5,8	5,5	5,2	5,1	5,0	4,9
7	5,1	4,8	4,5	4,4	4,3	4,2
8	4,7	4,4	4,1	4,0	3,9	3,8

Bizim halda $F = 0,12^2 / 0,06^2 = 4$, yəni 6,4-dən kiçikdir. $6,4 - n_1 = n_2 = 5$ üçün cədvəldən götürülmüşdür.

Buna görə də hesab etmək olar ki, dispersiyaların fərqli alınması təsadüfi xətalara əlaqədardır.

Bəzi hallarda paralel aparılan analizlər zamanı nəticələrdən biri digərlərindən nəzərə çarpacaq dərəcədə fərqlənir. Bu zaman orta qiymət hesablandıqda bu nəticədən istifadə edib-etməmək məsələsi ortaya çıxır. Bu məqsədlə Q kriteriyasından istifadə olunur.

$$Q = \frac{x_1 - x_2}{R}$$

x_1 – müəmmalı nəticə, x_2 – x_1 -ə ən yaxın olan nəticə,
 R – qiymətlər diapazonu, seçmənin ən böyük və ən kiçik qiymətlərinin fərqidir.

Q-nun hesablanmış qiyməti cədvəldəki qiyməti ilə müqayisə olunur $Q > Q_{\text{cədvəl}}$ olduqda bu qiymət atılır. Əks halda isə ondan sonrakı əməliyyatlarda istifadə olunur.

$P=0,95$ olduqda n-in müxtəlif qiymətlərində Q kriteriyasının qiyməti aşağıdakı kimidir.

Cədvəl 3.3.

n	3	4	5	6	7	8	9	10
Q (0,95)	0,94	0,77	0,64	0,56	0,51	0,48	0,44	0,42

Çuqunun tərkibində (%) qrafitin miqdarlarının içərisində müəmmalı nəticəyə baxaq: 2,86; 2,89; 2,90; 2,91; 2,99

Axıncı rəqəm digərlərindən nəzərə çarpacaq dərəcədə fərqlənir. Bu halda

$$Q = \frac{2,99 - 2,91}{2,99 - 2,86} = 0,62$$

göründüyü kimi $Q < Q_{\text{cədvəl}}$, buna görə də 2,99 qiymətini saxlamaq olar.

Standart kənar çıxmanın qiyməti standart səhv qiyməti ilə üst-üstə düşür. Təcrübələr göstərir ki, S-in G -ya yaxınlaşması o halda olur ki, ölçmənin sayı 20-yə bərabər və ya 20-dən çox olsun. Məsələn, mis ərintisindən (nümunə 1) qurğusunun atom-absorbsiya üsulu ilə təyini zamanı aşağıdakı nəticələr alınmışdır (%-lə) 7,50; 7,75; 7,67; 7,63; 7,61. S-in σ -ya yaxşı yaxınlaşmasını təmin etmək üçün bu verilənlər azdır. Bu yaxınlığı əldə etmək üçün digər vaxtlarda analoji olaraq aparılan analizin nəticələrindən istifadə etmək olar. Cədvəl 3.4-də nümunə №1-in analizi ilə yanaşı nümunə № 2-5 analizinin nəticələri verilmişdir. (3.10) tənliyinə əsasən hər ölçü seriyasının orta qiyməti tapılmışdır.

Nümunənin tərkibinin analizinin nəticələri

№	Qurğusunun tərkibi, %	Orta qiymət
1	7,50; 7,75; 7,67; 7,63; 7,61.	$\bar{x}_1 = 7,63$
2	4,57; 4,65; 4,63.	$\bar{x}_2 = 4,65$
3	3,53; 3,63; 3,67; 3,56.	$\bar{x}_3 = 3,60$
4	6,00; 5,70; 5,75; 5,81; 5,76; 5,86.	$\bar{x}_4 = 5,81$
5	6,50; 6,25; 6,38; 6,20; 6,25.	$\bar{x}_5 = 6,32$

Standart səhv standart kənarçıxma qiymətinə bərabər olduqda tənliyə əsasən aşağıdakı kimi yazmaq olar.

$$S = \tau = \sqrt{\frac{\sum(x_{1i} - \bar{x}_1)^2 + \sum(x_{2i} - \bar{x}_2)^2 + \sum(x_{3i} - \bar{x}_3)^2 + \dots}{n - m}} \quad (3.12)$$

Burada:

n – təyin edilmənin ümumi sayı (bizim halda 23-dür),

m – nümunənin sayıdır (bizim halda 6).

Baxılan misala düsturu tətbiq etsək

$$S \approx \tau = \sqrt{\frac{0,033 + 0,0168 + 0,0123 + 0,0522 + 0,0602}{5 - 1 + 3 - 1 + 4 - 1 + 6 - 1 + 5 - 1}} = \sqrt{\frac{0,1778}{18}} = 0,1$$

$$S = \sigma = 0,1.$$

Nəticələrin etibarlığını qiymətləndirmək üçün etibarlı sərhəddən istifadə olunur. Etibarlı sərhəd aşağıdakı kimi təyin edilir. (3.4) tənliyindən

$$\mu = X \pm Z \sigma \quad (3.13)$$

1 №-li nümunənin birinci nəticələrinin etibarlı sərhədi

$$\mu = 7,50 \pm 0,1 Z \quad (3.14)$$

Bu tənlikdə $0,1 = S = \sigma$

Adətən etibarlı sərhəd etibarlı ehtimal 95% olduqda hesablanır. $Z=1,96$ olduqda etibarlı ehtimal 95% olur. Buna görə də

$$\mu = 7,50 \pm (0,1 \cdot 1,96)$$

etibarlı sərhəd

$$7,30 < \mu < 7,70$$

Bu sərhədlər göstərir ki, 100 haldan 95-də vahid təyinetmənin həqiqi nəticələri 7,30 ilə 7,70 həddində dəyişir, ancaq 100-dən 5 halda o bu intervaldan kənara çıxa bilər. Digər sözlərlə desək 95% ehtimal olunur ki, həqiqi nəticə 7,30-7,70 sərhəddində yerləşir. Ancaq 100% təminat vermək olmaz ki, düz nəticə məhz bu intervaldadır yerləşir. Əgər bir neçə paralel ölçmələr varsa, məsələn, nümunə № 1-in analizi zamanı etibarlı sərhədləri orta nəticə kimi qiymətləndirmək olar. Təsdiq etmək olar ki, n paralel ölçmələr üçün etibarlı interval dəfə azalır. Nümunə № 1 üçün

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{Z\sigma}{\sqrt{n}} \quad (3.15)$$

Etibarlı ehtimal 95% olduqda etibarlı sərhəd

$$\mu = 7,63 \pm \frac{1,96 \cdot 0,1}{\sqrt{5}} = 7,63 \pm 0,1 \quad \text{və ya} \quad 7,53 < \mu < 7,73$$

Əgər etibarlı ehtimal 99,7% -ə bərabər olarsa onda $Z=3$ və

$$\mu = 7,63 \pm \frac{3,0 \cdot 0,1}{\sqrt{5}} = 7,63 \pm 0,13 \quad \text{və ya} \quad 7,50 < \mu < 7,76$$

Göründüyü kimi nə qədər böyük ehtimalla biz cavab almaq istəyirik, dəqiqlik sərhədləri bir o qədər genişlənir.

Əksər hallarda arxiv verilənlər olmur və S-in σ -ya yaxınlaşması mümkün olmur. Bu zaman kiçik seçimdə standart kənara çıxmada S istifadə olunur. Əgər S bir neçə paralel ölçmənin əsasında təyin olunubsa yuxarıda göstərilən Z ilə P arasında uyğunluq pozulur.

Etibarlı ehtimalın P qiymətinə Z kəmiyyəti deyil, Z-dən böyük olan digər bir funksiya cavab verəcək. Bu funksiya t hərfi ilə işarə olunur. Bu kəmiyyət nəinki etibarlı ehtimaldan, həmçinin sərbəstlik dərəcəsinin sayından (n-1)-dən asılı olaraq dəyişir. t böyük olduqda etibarlı ehtimal da böyük olur, (n-1) azalır. Sərbəstlik dərəcəsinin sayı çox olduqda (paralel ölçmələrin sayı çox olduqda) t Z-yə yaxınlaşır və axırda Z ilə üst-üstə düşür, t - normallaşdırılmış kənara çıxma əmsalının iştirakı ilə etibarlı sərhədi (3.16) və (3.17) tənliklərindən təyin etmək olar.

$$\text{Vahid ölçmə üçün: } \mu = x \pm t S \quad (3.16)$$

$$\text{Orta ölçmə üçün: } \mu = \bar{\chi} \pm \frac{tS}{\sqrt{n}} \quad (3.17)$$

Nümunə №1 üçün (3.11) tənliyindən

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{\chi})^2}{n-1}} = \frac{0,0333}{4} = 0,09$$

Cədvəl 3.5.-dən tapırıq ki $\alpha = 95\%$ ($n=5$) $t = 2,78$. Buna görə də vahid ölçmə üçün (3.10 tənliyinə bax)

$$\mu = 7,50 \pm t S = 7,50 \pm 2,78 \cdot 0,09 = 7,50 \pm 0,25 \text{ və ya } 7,25 < \mu < 7,75$$

(3.17) düsturuna görə orta ölçmə üçün

$$\mu = \bar{\chi} \pm \frac{tS}{\sqrt{n}} = 7,63 \pm \frac{2,78 \cdot 0,09}{\sqrt{5}} = 7,63 \pm 0,11$$

$$\text{və ya } 7,52 < \mu < 7,73$$

Baxılan hər iki halda etibarlı sərhədlər nisbətən geniş alınır. Bir neçə standart nümunələrin paralel analizi yerinə yetirilir. (3.17) tənliyindən

$$\mu - \bar{\chi} = \frac{tS}{\sqrt{n}}$$

alınır. Əgər $\bar{\chi}$ qiyməti μ -dən ancaq buraxılan təsadüfi xətalərin hesabına fərqlənirsə, onda $\mu - \bar{\chi}$ fərqi $\frac{tS}{\sqrt{n}}$ -ə bərabər və ya ondan kiçik olmalıdır.

$$\mu - \bar{\chi} \leq \frac{tS}{\sqrt{n}}$$

Əks halda

$$\mu - \bar{\chi} > \frac{tS}{\sqrt{n}}$$

olduqda təsadüfi xətalardan əlavə, sistematik xətalara da yol verilir ki, bunun da səbəbini xüsusi təcrübələrlə təyin etmək olar. Məsələn, pasportda verilənlərə görə standart alüminium ərintisi nümunəsində dəmirin atestasiya olunmuş miqdarı üçün $\mu = 1,39\%$ -dir. Dəmiri fotometrik üsulla asetilasetonla təyin etmişlər. 6 paralel analiz nəticəsində aşağıdakılar alınmışdır: 1,33; 1,27; 1,35; 1,36; 1,31; 1,26 %. Orta qiymət $\bar{\chi} = 1,31$.

(3.11) tənliyini tətbiq etsək, $n=6$ olduqda

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{\chi})^2}{n-1}} = \sqrt{17,2 \cdot 10^{-4}} = 0,04$$

$$\mu - \bar{\chi} = 1,39 - 1,31 = 0,08.$$

Etibarlı ehtimal 95% və sərbəstlik dərəcəsinin sayı $n-1=5$ olduqda normallaşdırılmış meyl əmsalı 2,57 olur, buradan da

$$\frac{tS}{\sqrt{n}} = \frac{2,57 \cdot 0,04}{\sqrt{6}} = 0,04$$

onda müqayisə etsək $\mu - \bar{\chi} = 0,08 > 0,04$

Bu fərq təsadüfi xətalarla əlaqədardır.

IV FƏSİL

MƏHLULLARIN QATILIĞI VƏ MİQDARI ANALİZDƏ HESABLANMASI

4.1. Ümumi məlumat

Standart vahid sistemində qəbul olunmuş və miqdarı analizdə hesabatlarda işlənən bəzi terminlərə baxaq.

Mol - maddənin 0,012 kq (və ya 12 q) karbonun tərkibində olan atomların sayı qədər müəyyən şərti hissəciklər saxlayan miqdarına deyilir. Şərti hissəciklər dedikdə molekul, ion, elektron, molekul və ionların hissələri, məsələn, $\frac{1}{5}$ hissə KMnO_4 molekul, $\frac{1}{2}$ hissə H_2SO_4 molekul, $\frac{1}{6}$ hissə $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ - ionu və s. «Mol» terminini işlətdikdə

həmişə qeyd etmək lazımdır ki, hansı hissəciklərdən söhbət gedir. Məsələn, belə demək lazımdır: 1 mol molekul sulfat turşusu, 0,1 mol dəmir ionu və s. Maddənin miqdarı n hərfi ilə işarə edilir və aşağıdakı kimi yazılır.

$$n(\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol} \quad n(\text{Fe}^{2+})=0,1 \text{ mol},$$

$$n\left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4\right)=0,1 \text{ mol}$$

Maddənin mol kütləsi x - 1 mol maddənin kütləsi olub, M hərfi ilə işarə olunur. O, maddənin kütləsinin m , onun mol miqdarına nisbətində bərabərdir.

$$M(x) = \frac{m}{n(x)} \quad (4.1)$$

Molyar kütlənin vahidi $\text{kq}\cdot\text{mol}^{-1}$, təcrübədə isə əksər hallarda l mol^{-1} . Məsələn, mis atomlarının, hidrogen ionunun, xlor molekulunun,

$\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4$ molekulunun molyar kütlələri eynidir:

$$M(\text{Cu})=63,54 \text{ q}\cdot\text{mol}^{-1}, \quad M(\text{H}^+)=1,074 \text{ q}\cdot\text{mol}^{-1}, \quad M(\text{Cl}_2)=70,916 \text{ q}\cdot\text{mol}^{-1},$$

$$M\left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4\right)=49,10 \text{ q}\cdot\text{mol}^{-1}.$$

Ekvivalent turşu - əsas reaksiyalarında şərti hissəcik olub bir hidrogen ionu (və ya digər bir valentli element) ilə birləşə və digər

qarşılıqlı təsirə girə bilər. Ekvivalent oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarının bir elektronu birləşdirə və ya qoparda bilən şərti hissəcikdir. Ekvivalentlik faktoru f_{ekv} - verilmiş turşu-əsas reaksiyasında bir hidrogen ionu, oksidləşmə-reduksiya reaksiyasında isə bir elektron ilə reaksiyaya girən maddənin şərti hissəciyinin miqdarını göstərən rəqəmdir. Məsələn, turş mühitdə kalium permanqanatın ekvivalentlik faktoru.

$$f_{ekv}(\text{KMnO}_4) = \frac{1}{5}$$

Ekvivalentlik faktoru maddənin hansı reaksiyada iştirak etməsindən asılıdır. X maddəsinin molyar ekvivalent kütləsi (M_{ekv}) – bu maddənin bir molunun ekvivalent kütləsi olub, ekvivalent faktorunun x maddəsinin molyar kütləsinə olan hasilinə bərabərdir.

$$M_{ekv} = f_{ekv} \cdot M_{(x)} \text{ q. mol}^{-1} \quad (4.2)$$

Molyar qatılıq - x maddəsinin miqdarının (mol ilə) məhlulun həcminə nisbətində bərabərdir.

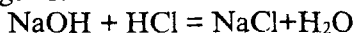
$$C(x) = \frac{n(x)}{V} \quad (4.3)$$

Molyar məhlul - 1 litr məhlulda 1 mol maddə var. Məsələn, 1 mol molekul və ya 1 mol ion və ya 0,1 mol ekvivalent və s. 1 litirdə 0,1 mol, 0,01 mol, 0,001 mol və s. uyğun olaraq desli, santi, milli-mol adlanır. Molyar məhlulların qatılığı M ilə işarə olunur.

4.2. Titrimetrik analizdə hesabat

Titrimetrik analizdə hesabat zamanı reaksiyaya girən maddələrin ekvivalentlik və ekvivalent faktorlarının düzgün təyini əsas rol oynayır. Aşağıdakı uyğun misallara baxaq.

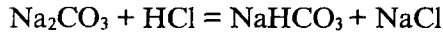
Misal 1. Hidrogen xlorid turşusu ilə NaOH-ın titrlənməsi zamanı ekvivalent və ekvivalentlik faktorunun təyini reaksiyası aşağıdakı tənlik üzrə gedir.



Bu reaksiyada 1 mol molekul NaOH 1 mol molekul HCl ilə reaksiyaya girir. Hər bir molekul HCl 1 ədəd hidrogen ionu

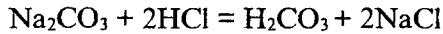
saxlayır, ona görə də NaOH-ın ekvivalenti NaOH molekuludur, ekvivalent faktoru isə vahidə bərabərdir. NaOH və HCl-un molyar kütlələri uyğun olaraq 40 qram mol⁻¹ və 36,6 qram mol⁻¹-dir. Verilmiş reaksiyada bu miqdarlar bərabərdir.

Misal 2. HCl məhlulu ilə Na₂CO₃-un reaksiyası zamanı Na₂CO₃-ün ekvivalent və ekvivalentlik faktorunu təyin etməli.



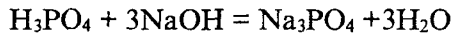
Burada 1 mol Na₂CO₃ molekulu 1 mol HCl ilə reaksiyaya girir. Ekvivalentlik faktoru əvvəlki halda olduğu kimi vahidə bərabərdir, ekvivalent isə Na₂CO₃ molekuludur.

Na₂CO₃ və HCl-un molekula kütlələri uyğun olaraq 106 qram mol⁻¹, 36,6 qram mol⁻¹, reaksiyada bu miqdarlar ekvivalentdir. Na₂CO₃ HCl ilə digər reaksiya üzrə də qarşılıqlı təsirə girə bilər:



Verilmiş reaksiyada H ionu ilə $\frac{1}{3}$ hissə Na₂CO₃ qarşılıqlı təsirdə olduğundan, ekvivalentlik faktoru $\frac{1}{3}$ -ə bərabərdir.

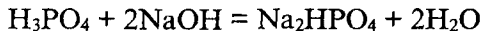
Misal 3. NaOH ilə H₃PO₄-ün qarşılıqlı təsir reaksiyası zamanı H₃PO₄-ün ekvivalent və ekvivalentlik faktorunu təyin edək.



Bir hidrosil ionu bir hidrogen ionuna uyğundur (ekvivalentdir), ekvivalentlik faktorunu təyin edək, 3 molekula NaOH bir molekula H₃PO₄ ilə reaksiyaya girir. H₃PO₄-ün ekvivalenti $\frac{1}{3}$ hissə

H₃PO₄ molekuluna bərabərdir və ekvivalentlik faktoru $\frac{1}{3}$ -dir.

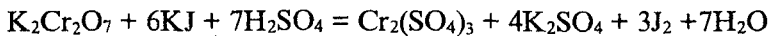
Fosfor turşusunu təyin etmək üçün digər reaksiyadan istifadə olunur.



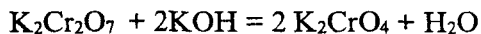
Şerti hissə (ekvivalent) 2 OH⁻ ilə reaksiyaya girir. - $\frac{1}{2}$ H₃PO₄.

Ekvivalentlik faktoru uyğun olaraq $\frac{1}{2}$ -ə bərabərdir. Fosfat turşusunun və natrium hidrokسيدin molekula kütlələri 98 q. mol⁻¹ və 80 q. mol⁻¹-dir. Bu miqdarlar verilmiş reaksiyada ekvivalentdir.

Misal 4.



reaksiyasında kalium bixromatın ekvivalent və ekvivalent faktorunun təyini. Bu reaksiya oksidləşmə-reduksiya reaksiyasıdır. Ekvivalentlik faktorunu təyin etmək üçün bir ion Cr₂O₇²⁻ ilə reaksiyaya girən elektronların miqdarını nəzərə almaq lazımdır.



Yuxarıdakı misaldan fərqli olaraq burada oksidləşmə və ya reduksiya getmir. Bu turşu-əsas reaksiyasıdır. 1 molekula KOH ilə reaksiyaya girən K₂Cr₂O₇-nin ekvivalentlik faktoru $\frac{1}{2}$ -dir.

Titrimetrik analizdə ən geniş yayılmış üsullara baxaq. İlk iki misalda ekvivalentlik faktorları vahidə bərabərdir. Digər misallarda (3-5) ekvivalentlik faktorları vahiddən kiçikdir. Məhlulun həcmi və onun molyar qatılıqları arasında asılığa baxaq. Məhlul nə qədər qatıdırsa, onu həcmcə o qədər az götürmək lazımdır. Məsələn, 100ml 0,1 M məhlulda maddənin miqdarı 10ml 1M məhluldakı ilə eynidir. Aydındır ki, məhlulun həcmi ilə onun molyar qatılığı arasında tərs mütənəsiblik var. Bu asılıığı riyazi şəkildə aşağıdakı kimi yazmaq olar.

$$\frac{V_1}{V_2} = \frac{C_2}{C_1} \quad (4.4)$$

V₁ V₂ - C₁ və C₂ molyar qatılığa malik məhsulların uyğun həcimləridir.

Aparılan mülahizələrdən görünür ki, müxtəlif mol qatılıqlarına malik məhsullar öz aralarında həcmcə görə reaksiyaya girirlər ki, bu da onların qatılıqları ilə tərs mütənəsibdir. V₁ həcmdə naməlum C₁

qatılığına malik məhlulu $C_{i\text{işçi.m}}$ qatılığa malik titrləyirlər. Titrleməyə gedən həcm $V_{i\text{işçi.m}}$

$$\frac{C_1}{C_{i\text{işçi.m}}} = \frac{V_{i\text{işçi.m}}}{V_1} \quad (4.5)$$

və ya $C_1 V_1 = C_{i\text{işçi.m}} \cdot V_{i\text{işçi.m}}$ (4.6)

(4.6) tənliyindən naməlum C_1 qatılığını tapmaq olar:

$$C_1 = \frac{C_{i\text{işçi.m}} \cdot V_{i\text{işçi.m}}}{V_1} \quad (4.7)$$

Çox zaman verilənlər əsasında naməlum qatılıqda müəyyən həcm məhlulun tərkibində olan maddənin qramlarla miqdarını təyin etmək lazım gəlir. Bu qiymət (4.6) tənliyində nəzərə alsaq.

$$B = \frac{V_{i\text{işçi.m}} \cdot C_{i\text{işçi.m}} \cdot f \cdot M}{1000} \quad (4.8)$$

Burada:

f – ekvivalentlik faktoru,

M – maddənin molyar kütləsidir.

Bəzi hallarda analiz olunan materialda maddənin faizlə miqdarını təyin etmək lazımdır. Analitik tərəzidə müəyyən miqdarda nümunə çəkilir, suda və ya digər həlledicidə həll edilir və alınan məhlul işçi məhlul ilə titrlənir. Təyin olunan maddənin faizlə miqdarı aşağıdakı tənəsüblə tapılır.

g - 100%

B - C %

Burada g - nümunənin çəkisi; B - maddənin qramlarla miqdarıdır. Bu tənəsübdən aşağıdakı tənliyi alarıq.

$$C\% = \frac{100 B}{g} = \frac{V_{i\text{işçi.m}} \cdot C_{i\text{işçi.m}} \cdot f_{\text{ekv}} \cdot M}{10 g} \quad (4.9)$$

Bəzi hallarda dolaylı titrləmə aparılır ki, bunlardan da biri çöküntüyə görə titrləmədir. Təyin olunan maddənin məhluluna həsablənmiş miqdardan artıq miqdarda reaksiya məhlulu əlavə edilir.

Sonra bu artıq miqdar uyğun işçi məhlul ilə titrlənir. Titrənmələrin nəticələri aşağıdakı şəkildə hesablanır.

Fərz edək ki, ölçmə üçün sərf olunan birinci məhlulun həcmi V_1 , onun molyar qatılığı isə C_1 -dir. Birinci məhlulun qatılığı ilə qarşılıqlı təsirə girən ikinci işçi məhlulun həcmi və molyar qatılığı V_2 və C_2 -dir. Onda işçi məhlulun həcmi $V_{i\text{şçi.m}}$ (ml)

$$V_{i\text{şçi.m}} = C_1V_1 - C_2V_2 \quad (4.10)$$

Buradan təyin olunan maddənin miqdarını aşağıdakı tənliklə hesablayırıq.

$$B = \frac{(C_1V_1 - C_2V_2) \cdot f_{\text{ekv}} \cdot M}{1000} \quad (4.11)$$

Uyğun olaraq faizlə (%) tərkibi aşağıdakı tənliklə hesablayırıq.

$$C\% = \frac{(C_1V_1 - C_2V_2) \cdot f_{\text{ekv}} \cdot M}{10 \cdot g} \quad (4.12)$$

Titrimetrik analizin inkişafının ilk mərhələlərində işçi məhlulların qatılığını titrlə ifadə edirdilər. Titr 1 ml məhlulda olan maddənin miqdarıdır. Titrə molyar qatılıq arasında sadə asılılıq vardır. Əslində molyar qatılığa malik 1 ml məhlulda $f_{\text{ekv}}(M/1000)$ q maddə vardır. Əgər məhlulun qatılığı C -ə bərabərdirsə, onda 1 ml məhlul üçün

$$T = C \cdot \frac{f_{\text{ekv}} \cdot M}{1000} \quad (4.13)$$

Çoxlu miqdarda eyni növ analizlər aparılan laboratoriyalarda hesabat zamanı titrdən istifadə olunması sərfəlidir. Bu halda qatılıq 1 ml işçi məhlula uyğun gələn təyin olunan maddənin qramlarla miqdarı ilə ifadə olunur. Məsələn, natrium karbonatın hidrogen xlorid turşusu ilə titrlənməsi zamanı əvvəlcədən 1 ml HCl məhlulu üçün hansı miqdarda natrium karbonatın uyğun gəldiyini hesablamaq olar. Bu halda HCl-un natrium karbonata görə titri haqqında danışılır və $T_{\text{HCl} / \text{Na}_2\text{CO}_3}$ ilə işarə edilir. Bu zaman maddənin kütləsini təyin etmək üçün titri işçi məhlulun həcminə vurmaq lazımdır.

$$B = V_{i\text{şçi.məh.}} \cdot T_{i\text{şçi.məh.}}$$

İşçi məhlulun titrini (4.13) tənliyinə əsasən təyin etmək olar, ancaq burada C -nin əvəzinə işçi məhlulun qatılığını, $f_{\text{ekv}}(M$ - əvəzinə

ekvivalentlik faktorunun təyin olunan maddənin mol kütləsinə hasilini qoyuruq. Deməli.

$$T_{\text{işçi mēh./tēy. mēh.}} = C_{\text{işçi mēh.}} \frac{f_{\text{ekv.}} \cdot M_{\text{t.m.}}}{1000} \quad (4.14)$$

İşçi məhluldan istifadə etməklə ancaq bir maddənin miqdarını təyin edərkən bu üsulun müəyyən üstünlükləri vardır. Digər hallarda məhlulların molyar qatılıqlarından istifadə etmək məqsədəuyğundur.

4.3. Qravimetrik analizdə hesabat

Qravimetrik analizin vəzifəsi nümunədə lazımi elementin miqdarının analiz üçün götürülən maddənin kütləsi və qravimetrik (çəki) forması əsasında təyindən ibarətdir. g – analiz üçün götürülən maddənin (qramlarla) kütləsidir. Qravimetrik forma dedikdə – analiz zamanı analiz üçün götürülən nümunədən alınan birləşmə və analitik tərəzidə təyin olunan kütlə nəzərdə tutulur.

Təyin olunan elementin və (ya birləşmənin) atom (və ya mol) kütləsini A hərfi ilə, qravimetrik formanın mol (və ya atom) kütləsini M ilə, bir molekul qravimetrik formada olan təyin olunan elementin atomlarının (mol) sayının ilə işarə edək.

Hesabat aşağıdakı tənəsüblərə əsaslanır. Bir mol molekul qravimetrik formada n mol atom (molekul) təyin olunan maddə vardır. Əgər çəki nəticəsində tapılmışdır ki, qravimetrik formanın kütləsi a -ya bərabərdir, onda a qram qravimetrik formada olan təyin olunan maddənin kütləsini x aşağıdakı tənəsübdən tapırıq.

$$\frac{M - A}{a - x}$$

buradan

$$x = \frac{n \cdot A \cdot a}{M}$$

tərkibi faizlə hesablayarkən n kütləsini faizlə ifadə etmək lazımdır. Buna görə də

$$\begin{aligned} g &= 100\% \\ x &= B\% \end{aligned}$$

buradan

$$B = \frac{100 \cdot n \cdot A \cdot a}{g \cdot M}$$

Hesabatı tezləşdirmək üçün $n \cdot A/M$ kəmiyyətinin qiyməti əvvəlcədən hesablanır ki, bu qiymət də faktor və ya hesabatın cəmi adlanır.

Faktor cədvəlindən istifadə etmək məqsədəuyğundur. Bu cədvəl 4.1- də müxtəlif analizlərin nəticələrini hesablayarkən lazım olan faktorların qiyməti göstərilmişdir. Bu cədvəldən misal aşağıda göstərilmişdir.

Cədvəl 4.1.

Təyin edilir	Alınmışdır (qravimetrik forma)	Cəm
Ca	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,2743
Ca	CaSO_4	0,2944
Ca	CaO	0,7147
CaO	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,3838
Mg	$\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$	0,2185
MgO	$\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$	0,3623

Cədvəlin «Təyin edilir» qrafasında tərkibi təyin olunan maddənin formulası, «Alınmışdır» qrafasında qravimetrik forma, «cəm» qrafasında təyin olunan birləşmənin atom və ya molekulyar kütləsinin qravimetrik formanın molekulyar kütləsinə olan nisbəti göstərilmişdir.

V FƏSİL

MÜXTƏLİF TƏYİNLƏR ÜZRƏ METODİKA

5.1. Suda silisium turşularının fotokolorimetrik üsulla təyini üzrə metodika

5.1.1. Metodun mahiyyəti və təyinatı

Bu metodika suda silisium turşularının miqdarı 15 mq-dan 5 mq-a qədər olmaqla silisium turşusunun miqdarının silisium 2 oksidə görə təyini üçün nəzərdə tutulmuşdur.

Metod ammonium molibdat ilə qarşılıqlı təsir nəticəsində yaranan və metol ilə göy rəngli birləşməyə qədər reduksiya olunan silisium molibden kompleks turşularının kalorimetrik təyininə əsaslanır. Silisium turşuları ilə yanaşı ammonium molibdat ilə digər maddələr, əsasən fosfatlar qarışılıqlı təsirdə olur ki, bunların təsiri də turşəng turşusu əlavə etməklə aradan qaldırılır. Nisbi xəta 15%-dən yuxarı qalxmır. Analizin aparılma müddəti 30 dəqiqədir.

5.1.2. Avadanlıq, reaktiv və qablar

- Fotoelektrokolorimetr KFK-2 və ya digər markalı, dalğının uzunluğu 815 nm.
- Tənzimləyiçisi olan mufel soba 900°C-yə qədər temperatur yaradır.
- Üstü örtülü elektrik soba, DÜİST 306-76.
- Su hamamı.
- Ammonium-molibdat DÜİST 3765-78, «k.t.»
- Ammonyak DÜİST 3760-64, «c.d.a» 25%-li məhlul.
- Kükürd turşusu DÜİST 4204-77 «k.t.» Məhlulun qatılığı 1,0 n.
- Azot turşusu DÜİST 4461-77, «k.t.»
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, «k.t.»
- Turşəng turşusu DÜİST 22180-76, «k.t.»
- Metol (N-metil-n- aminofenolsulfat) A markalı TŞ 6-17-559-73.
- Kalium pirosulfat (kalium metabisulfat) DÜİST 5713-75 «k.t.»
- Natrium hidroksid, DÜİST 4328-77 «k.t.» məhlulun qatılığı =0,1 mol/dm³ (0,1 n) 2% məhlul
- Gümüş nitrat, DÜİST 1277-75, «k.t.»
- Natrium slikaat , DÜİST 4239-77, «k.t.» .

- Fenolftalein, DÜİST 5850-72, 1%-li spirtde məhlulu.
- Natrium sulfat DÜİST 195-77.

Analizlərin aparılması, reaktivlərin saxlanması, nümunənin qarışdırılması üçün (silindr, pipetka, kolpaklı flakonlar) polietilen və ya polipropilendən hazırlanmış qablardan istifadə olunur.

5.1.3. Reagentlərin hazırlanması

Reaktivlərin məhlullarını hazırlamaq, nümunələrin və standart məhlulların hazırlanması üçün kimyəvi duzsuzlaşdırılmış suyun saxlanması üçün ancaq kip kolpaklı polietilen qablardan, onlarla işləyən zaman isə bağlı sifonlu tutumu 1-1,5 dm³ olan polietilen yuyuculardan istifadə olunur. Bütün şüşə olmayan qabları istifadə etməzdən əvvəl bir sutka 2%-li natrium qələvisində saxlayırlar, sonra distillə suyu ilə yuyulur və bir neçə dəfə kimyəvi duzsuzlaşdırılmış su ilə yuyulur, hava ilə qurudulur.

Tərkibində 100 mq/dm³-dan çox olmayan silisium turşuları olan nümunənin analizi zamanı reaktivlərə düzəliş əmsalı verilir, istifadə olunan suyun təmizliyi yoxlanılır və analizin nəticəsi qənaətbəxş olmadıqda suyu ionit filtirləri ilə regenerasiya etdikdən sonra yenidən təmizləyirlər.

Ammonium molibdat məhlulu. 30 qram ammonium molibdatı 600 sm³ kimyəvi duzsuzlaşdırılmış (laboratoriya) suda həll edib, üzərinə 10 sm³ 25%-li amonyak məhlulu əlavə edilir və sonra kimyəvi duzsuzlaşdırılmış su ilə 1 dm³-a çatdırılır və qarışdırılır. Məhlul 1 ay müddətinə davamlıdır.

Tursəng tursusu. 5%-li məhlul. 5 qram reaktiv 95 sm³ kimyəvi duzsuzlaşdırılmış (laboratoriya) suda həll edilir.

Reduksiyaedici məhlul. Analiz üçün aşağıda göstərilən 2 reduksiyaedici məhluldan istifadə olunur.

Metabisulfit kaliumun metol ilə qarışığı. 10 qram metol və 80 qram metabisulfit kalium 800 m³ kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyunda 40-45°C temperaturda həll edilir. Məhlul 1 dm³ ölçü kolbasına filtirdən keçirilir, üzərinə cizgiyə qədər kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu əlavə edilir və qarışdırılır. Məhlul 2 həftə davamlıdır.

Metolun natrium sulfit ilə qarışığı. 400-500 sm³ kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu t ~ 40°C-yə qədər qızdırılır və onda 10 qram natrium-sulfit həll edilir. Alınan məhlula 20 qram

metol, sonra isə 50 qram natirium sulfit əlavə edilir. Məhlul filtirdən keçirilir və həcmi kimyəvi duzsuzlaşmış su ilə 1 dm^3 -a qədər çatdırılır. Məhlulun saxlanma müddəti 2 həftədir. Reduksiyaedici kimi qurğuşun 2-xloriddən istifadə etmək olar.

Kükürd turşusu məhlulu, 1 mol/dm^3 $.400 \text{ sm}^3$ kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyuna 30 sm^3 qatı sulfat turşusu əlavə edib, məhlulun həcmi kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu ilə 1 dm^3 -a çatdırılıb qarışdırılır.

Gümüş nitrat məhlulu. $0,5 \text{ q}$ reaktivi 100 sm^3 kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyunda həll edib, 40 sm^3 qatı nitrat turşusu əlavə edilir. Məhlul tünd rəngli şüşə qabda saxlanılır.

Silisiyum 2 oksidin standart məhlulu. Kütlə qatılıqları 10 mq/dm^3 (A məhlulu) və 1 mq/dm^3 (B məhlulu) olan standart işçi məhlulların hazırlanması üçün kütlə qatılığı 1 q/dm^3 olan silisiyum 2-oksidi ehtiyat məhlulundan istifadə olunur. Bu məhlulu hazırlamaq üçün $4,74 \text{ qram}$ kristallik $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 1 dm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ natrium hidroksiddə həll edilir. Əgər məhlul bulanıqdırsa, onu filtirdən keçirilir və silisiyum oksidin tərkibi çəki metodu ilə təyin edilir. Bunun üçün 2 farfor çəşməyə 25 və 50 sm^3 ehtiyat məhlulu kasaya tökülür. 10 sm^3 qatı xlorid turşusu əlavə edilir və su halından quruyana qədər buxarlandırılır. Bu əməliyyat bir neçə dəfə təkrarlanır. Sonra hər çəşməyə 1 sm^3 xlorid turşusu və 20 sm^3 qaynar kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu əlavə edilir.

Məhlullar külsüzləşdirilmiş «göy lent» filtirdən süzülür, çöküntü kasadan filtrə keçirilir. Filtirdəki çöküntü qaynar kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu ilə xlor ionları tam yox olana qədər yuyulur. Xlor ionları gümüş nitrat ilə təyin olunur.

Filtirlər çöküntü ilə birlikdə közərdilmiş və çəkilmiş putaya yerləşdirilir, qurudulur, ehtiyatla külsüzləşdirilir və çöküntü 900°C -dən aşağı olmayan temperaturda közərdilərək sabit çəkiyə gətirilir.

Ehtiyat məhlulda silisiyum 2-oksidin kütlə qatılığı (M) q/dm^3 aşağıdakı formula görə hesablanır.

$$M = \frac{(a - b) \cdot 1000}{V}$$

Burada: b - boş putanın kütləsi, qram;

a - çöküntü ilə birlikdə putanın kütləsi, qram;

v - ehtiyat məhlulun həcmi, sm^3 .

Məhlul polietilen qabda istənilən müddətə saxlanılır.

Silisium turşularının miqdarını hesablamaq üçün 2 paralel təyin aparılır. Bu zaman fərq 5%-dən çox olmamalıdır. Kütlə qatılığı 10 mq/dm^3 olan silisium oksid məhlulunu (məhlul A) hazırlamaq üçün 1 dm^3 -lik kolbaya 10 sm^3 ehtiyat məhlul tökülür, kimyəvi duz-suzlaşmış laboratoriya suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırılır.

Kütlə qatılığı 1 mq/dm^3 olan standart silisium 2 oksid məhlulu (məhlul B) A məhlulunu 10 dəfə durulaşdırmaqla alırlar. A və B məhlulları ancaq hazırlandıqları gün istifadə oluna bilər.

5.1.4. Dərəcəli qrafiklərinin qurulması

50 sm^3 ölçü kolbalarında iki şkala standart məhlullar hazırlanır və silisium 2 oksid üçün 2 diapazon qatılıqda qrafik qurulur. Cədvəl 5.1-ə uyğun olaraq A məhlul 10 mq/dm^3 məhlulundan şkala I, B məhlul 1 mq/dm^3 məhlulundan şkala II.

Cədvəl 5.1.

Standart məhlulun həcmi A və ya B, sm^3	Silisium 2 oksidin kütləsi	
	Məhlul A, mkq	Məhlul B, mkq
	Qrafik I	Qrafik II
0,2	-	0,2
0,5	-	0,5
1,0	10	1,0
2,0	20	2,0
3,0	30	3,0
4,0	40	4,0
5,0	50	5,0
10,0	100	-
20,0	200	-

Kolbadakı məhlulun həcmi distillə suyu ilə 40 sm^3 -ə çatdırılır. Kolbalardan birində ancaq 40 sm^3 distillə suyu sınaq təcrübəsi üçün götürülür. Bu kolbaya bütün reaktivlər tərkibində fosfatlar olmayan analizin aparılmasında olduğu kimi əlavə edilir, cizgiyə qədər məhlul əlavə edilir rəngli standart məhlullar işçi nümunələr kimi kolorimetrdə ölçülür.

Müqayisə üçün distillə suyundan istifadə olunur. Ölçmənin nəticələrinə görə 2 qrafik qurulur, absis oxunda silisium oksidin nümunədə kütlə qatılığı mkq-la, ordinat oxunda isə məhlulun uyğun sıxlığı götürülür.

5.1.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması

Nümunələr təmiz yuyulmuş quru polietilen qapaqlı flakonlarda götürülür. Analiz üçün 40 sm³ nümunə tələb olunur. Analiz üçün su götürüldükdə analiz götürülən qabın üstü mütləq kənar maddələrin analizin içərisinə düşməsini aradan qaldırmaq üçün təmiz silinməlidir. Fosfatların maneçiliyi isə analizin gedişi zamanı aradan qaldırılır.

5.1.6. Analizin aparılması

Suyun analizi zamanı 2 halı fərqləndirmək lazımdır: silisium turşularının kütlə qatılığı 100 mkq/dm³-a qədər olan su, silisium turşularının kütlə qatılığı 100 mkq/dm³-dan yuxarı olan su.

Tərkibində az miqdarda silisium turşuları olan suyun analizi

Analizə başlamazdan əvvəl istifadə olunan reaktivlərin və distillə suyunun silisium ilə çirklənməsi yoxlanılır. Həcmi 50 sm³ olan 2 ədəd ölçü kolbasına distillə suyu və reaktivlər aşağıdakı miqdarda tökülür.

Cədvəl 5.2.

Kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu və reaktivlərin məhlulları	Götürülən həcm, sm ³	
	Kolba 1	Kolba 2
Distillə suyu	40	35
Ammonium molibdat məhlulu	2	4
Sulfat turşusu məhlulu	2	4
Reduksiyaedici məhlul	2	4

Reaktivlərin əlavə edilmə ardıcılığı aşağıdakı kimidir: əvvəlcə distillə suyu kolbalara tökülür, sonra ammonium molibdat və sulfat turşusu məhlulu əlavə edilir. Hər 2 kolbadakı məhlul qarışdırılır və 10 dəqiqədən sonra reduksiyaedici məhlul əlavə edilib, qarışdırılır, distillə suyu ilə cizgiyə qədər çatdırılır və yenidən qarışdırılır. 5 dəqiqədən sonra hər iki rəngli məhlulun 815 nm dalğa uzunluğunda uducu təbəqənin qalınlığı 50 mm olan küvetdə A₁ və A₂ optiki sıxlığı təyin edilir müqayisə küvetinə distillə suyu tökülür. Silisium turşularının a₁ və a₂ kütlələrinin A₁ və A₂ –yə uyğun olaraq 2 qrafikinə əsasən tapılır.

a₂ - a₁ = a_p fərqi reaktivlərin nə dərəcədə çirklənməsini göstərir və onu mütləq nəzərə almaq lazımdır. Əgər a_p 0,4 mkq-dan çox dey-

İlsə onda reaktivlər t miz sayılır.  g r bu f r q 0,4-d n  oxdursa onda reaktivlər daha t miz reaktivl rl   v z edilm lidir.

Silisium turşularının distill  suda k tl  qatılıęı (mkq/dm³) 5.1 formulu-na  sas hesablanır. Bu qatılıę 5 mkq/dm³-dan yuxarı olmamalıdır.

$$A = 25 ((2 a_1 - a_2) \quad (5.1)$$

Burada:

A – distill  suyun silisium turşularının k tl  qatılıęı, mkq/dm³;

*a*₁ – 1 kolbasındakı m hlulda silisium turşularının k tl si, mkq;

*a*₂ – 2 kolbasındakı m hlulda silisium turşularının k tl si, mkq.

 ks halda ionit filtirl r regenerasiya olunur v  laboratoriya quręusunda suyun t mizl nm sində istifad  olunan FCD filtrl yici qarışıę yenisi il   v z olunur. Sonra suyun t mizliyi yenid n yoxlınır.

Bundan sonra suyun analizinə bařlanılır: 40 sm³ su 50 sm³  l u kolbasına t k l r,  zrin  2 sm³ ammonium molibdat v  2 sm³ 1 mol/dm³ sulfat turşusu  lav  edilir, qarışdırılır, distill  suyu il  cizgiy  q d r  atdırılır v  yenid n qarışdırılır. 5 d qiq d n sonra 50 mm-lik k vetd  815 nm dalęa uzunluęunda m hlulun optiki sıxlıęı  l l r, m qayis   c n distill  suyu g t r l r.

 g r analiz olunan suyun t rkibində fosfatlar varsa, onda reduksiya edici m hlulu t km zd n  vv l kolbaya 3 sm³ turş ng turşusu m hlulu  lav  edilir v  qarışdırılır.

Analiz olunan m hlulda silisium turşularının silisium 2-oksidd  g r  k tl si qrafik  zr  tapılır. Analiz olunan suda silisium turşularının miqdarı (A) mkq/dm³ il  (2) formuluna  sas n hesablanır.

$$A = \frac{(a - a_p) \cdot 1000}{V} = \frac{(a - a_p) \cdot 1000}{40} = 25(a - a_p) \quad (5.2)$$

Burada:

V – analiz olunan n mun nin h cmi, sm³;

a – analiz  c n g t r l n n mun d  silisium turşularının miqdarı, mkq.

T rkibində b y k miqdarda silisium turşuları olan suyun analizi:

50 sm³  l u kolbasına el  h cm analiz olunan su t k l r (ancaq 40 sm³-dan  ox olmayaraq) ki, onun t rkibində silisium turşularının miqd r 200 mkq-dan yuxarı olmasın, distill  suyu il   mumi h cmi

40 sm³-ə qədər çatdırılır, digər reaktivlər yuxarıdakı ardıcılıqlı həmənlərdə əlavə edilir və məhlulun optiki sıxlığı ölçülür, müqayisə kimi distillə suyundan istifadə olunur. I qrafikinə əsasən verilən optiki sıxlığa uyğun silisium turşularının miqdarı təyin olunur.

Əgər analiz olunan suda fosfat-ionları varsa, onda onların təsiri analizin gedişində turşang turşusu əlavə etməklə aradan qaldırılır.

5.1.7. Nəticələrin hesablanması

Suda silisium turşularının kütlə miqdarı (SiO₂-yə görə hesabata) mkq/dm³ aşağıdakı formula əsasən hesablanır.

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V} \quad (5.3)$$

Burada:

X – suda silisium oksidin kütlə qatılığı, mkq/dm³;

a – analiz üçün götürülən nümunədə silisium oksidin kütləsi, mkq;

V – analiz olunan nümunənin həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi, iki paralel aparılan analizin nəticəsinin orta qiyməti götürülür.

5.2. Suda natriumun təyini üzrə metodika

5.2.1. Metodun mahiyyəti və təyinatı

Natriumun miqdarı alov fotometriyası üsulu ilə təyin edilir. Bu üsulun mahiyyəti natrium atomlarının alov fotometrinin alovunda şüalanmasının nisbi intensivliyinin ölçülməsinə əsaslanır. Analiz olunan maddə aerosol şəklində cihazın odlu hissəsindəki alova verilir, natrium fotoelementə dəyirdə qalvanometr də qeyd olunan foto cərəyan yaradır. Qalvanometrin göstəricisi natriumun nümunələrdəki miqdarlarına uyğundur. Metodun təyin etmə həddi cihazın həssaslığına əsaslanır.

5.2.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

Alovlı və ya digər markalı fotometr (PAC), natriumun qatılığına 5 mq/dm^3 həddində 1 mq/dm^3 -dan çox olmayan xəta ilə təyin edilir.

- Kolba, 2-ci dəqiqlik sinfi, $250, 1000 \text{ sm}^3$, DÜİST 1770-74.
- Pipetka. I dəqiqlik sinfi, $50, 100, 200 \text{ sm}^3$, DÜİST 20292-74.
- Büretka 25 sm^3 DÜİST 20292-74.
- Puta və ya platin kasa № 100-11 və ya 115-4, DÜİST 6563-75.
- Polietilen qablar: 30 sm^3 stəkanlar başlıqlı 300 sm^3 ölçüdə flakonlar.
- Natrium xlorid, DÜİST 4233-77. «k.t.» kütlə qatılığı $750-1000 \text{ mq/dm}^3$ olan sulu məhlul.
- Sulfat turşusu, DÜİST 3118-77, HCl - 1 mol/dm^3 (1 n.)

5.2.3. Qabların, reagentlərin hazırlanması

5.2.3.1. Etalon məhlulları hazırlamaq üçün. Distillə suyundan istifadə olunur ki, onun tərkibi də natriuma görə hesablanır. Bunun üçün pNa göstəricisi və ya xüsusi elektrik keçiriciliyi ölçülür və qatılığı 1 mq/dm^3 -dan böyük və ya xüsusi elektrik keçiriciliyi $0,1 \text{ mk Cm/sm}$ -dən kiçik olmayan sudan istifadə olunur.

5.2.3.2. Qabların hazırlanması. Nümunənin götürülməsi, saxlanması və standart məhlulların saxlanması zamanı polietiləndən hazırlanmış qablardan istifadə olunur ki, bunlar da əvvəlcə axar suda, sonra distillə suyu ilə yuyulur. Kütlə qatılığı $750-1000 \text{ mq/dm}^3$ olan natrium xlor məhlulu ilə doldurulur. 1 sutka saxlanılır, sonra distillə suyu ilə yuyulur. Əgər bu qablara distillə suyu doldurub 1 sutka saxladıqdan sonra natriumun suda kütlə qatılığının dəyişməsi alov fotometrik həssaslığından aşağı olarsa onda qablar işə hazırdır. Qabları temperaturu 40°C -dən yuxarı olan mayelər üçün istifadə etmək olar.

5.2.3.3. Etalon məhlullar. $0,2542$ qram natrium xlorid $110-120^\circ\text{C}$ temperaturda sabit çəkiyə gələnə qədər qurudulur və 1 dm^3 ölçü kolbasında kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyunda həll edilir. Kolbadakı məhlul cizgiyə qədər çətdirilir və yavaşca qarışdırılır. Hazırlanmış məhlulun natriuma görə kütlə qatılığı 100 mq/dm^3 (A məhlulu). Kütlə qatılığı natriuma görə 1 mq/dm^3 olan məhlulu (B məhlulu) hazırlamaq üçün A məhlulu 100 dəfə kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu ilə durulaşdırılır. Alov fotometri

kalibrlemek üçün 2 seriya biri A məhlulundan, digəri B məhlulundan standart məhlul hazırlanır: 250 sm³ ölçü kolbalarına cədvəl 5.3-ə uyğun olaraq A və B məhlulları tökülür.

Kolbalar cizgiyə qədər kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu ilə doldurulur, içərisindəki məhlul ehtiyatla qarışdırılır və polietilen qablara boşaldılır.

Cədvəl 5.3.

Daxil olan məhlulun həcmi A və ya B sm ³ ilə	Standart məhlulun kütlə qatılığı, mq/dm ³	
	Seriya I A məhlulundan	Seriya II B məhlulundan
125,0	50	0,50
50,0	20	0,20
25,0	10	0,10
12,5	5	0,05
5,0	2	0,02
2,5	1	0,01

Standart məhlullar otaq temperaturunda saxlanılır: I seriya – müddətsiz, II seriya - bir ay. İş zamanı standart məhlulların temperaturu nümunənin temperaturundan 5°C-dən çox fərqlənməməlidir.

5.2.4. Nümunənin götürülməsi

Nümunələr əvvəlcədən yuyulub, qurudulmuş qapaqlı polietilen qablarda götürülür. Nümunə götürülməzdən əvvəl qablar analiz olunan su ilə yaxalanmalıdır. Nümunələr saxlanılır. Analiz üçün 1 sm³-dan çox olmayaraq nümunə götürülür, qatılma zamanı nümunənin həcmi uyğun olaraq artırılır.

5.2.5. Analizin gedişatı

Analiz alov fotometrinin iş prinsipinə uyğun təlimata əsasən aparılır. Uyğun standart məhlullar seriyasında istifadə etməklə absis oxunda natriumun kütlə qatılığı mq/dm³, ordinat oxunda isə cihazın göstəricisini qeyd etməklə qrafik qurulur.

İş prosesində hər 30 dəqiqədən bir qrafikin düzəlişi aparılır, cihazın göstəricisi kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu və yüksək qatılığa malik standart məhlulla yoxlanılır.

Analiz olunan suda natriumun kütlə qatılığı qrafikə və cihazın göstəricisinə əsasən təyin olunur.

Əgər nümunədə kütlə qatılığı təyin olunan qatılıqdan aşağı və ya yuxarıdırsa, onda nümunə ya kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu ilə qarışdırılır və ya platin qabda buxarlandırılıb, 1 mol/dm³ HCl-dan istifadə etməklə mikrostəkana keçirilir.

5.2.6. Nəticələrin hesabı

Analiz olunan suda natriumun kütlə miqdarını (mkq/dm³) qrafikə uyğun olaraq hesablamaq olar.

Nümunə su ilə qarışdırıldıqda natriumun analiz edilən suda kütlə miqdarı (X) mkq/dm³ aşağıdakı düstura əsasən hesablanır.

$$X=C \cdot K$$

Burada:

C - durulaşdırılmış nümunədə natriumun qrafikə əsasən tapılmış kütlə qatılığı, mkq/dm³;

K - durulaşma dərəcəsi.

Nəticə kimi 2 paralel analizin orta qiyməti götürülür, bu zaman ki, analizin nəticələri arasındakı fərq 1 mkq/dm³-dan yuxarı olmalıdır.

5.3. Suda neft məhsullarının təyini üzrə metodika

5.3.1. Mahiyyəti və təyinatı

Metod neft məhsullarının su nümunəsindən ekstragent kimi karbon 4 xlorid və ya xloroform vasitəsilə çıxarılmasına əsaslanaraq həlledicinin qızdırılma yolu ilə kənarlaşdırılması və ekstraktın tərkibində olan neft məhsullarının kütlə qatılığı 3-10 mq/dm³-dan çox olduqda çəki metodu ilə, 10 mq/dm³-dan az olduqda isə sulfat turşusu ilə emal edərək kolorimetrik üsulla təyin edilir.

Hər iki halda xəta ± 20-25% təşkil edir.

Analizin gedişatı – 2,5-3 saatdır.

5.3.2. Cihazlar, qablar və reaktivlər

- Analitik tərəzi II dəqiqlik sinfi, DÜİST 24104-80.
- Fotoelektrokolorimetr KFK və ya digər marka.
- Üstü bağlı elektrik soba, DÜİST 306-76.
- tənzimləyicisi su hamamı
- Ölçü qıfı BD-I-250 və BD-I-1000 XC, DÜİST 25336-82.
- Ölçü kolbaları, həcmi 100 sm³, DÜİST 1770-74.

- Pipetka, həcmi 10,20 sm³, DÜİST 20292-74.
- Altı düz konusvarı kolba K_H, həcmi 100 sm³, DÜİST 25336-82 və ya kimyəvi stəkanlar, həcmi 100 sm³ B və ya H tipli, DÜİST 25336-82.
- Çəkmək üçün stəkanlar (büks) CH-34/12 və CH-60/4 tipli DÜİST 25336-82.
- Eksikator, DÜİST 25336-82.
- Filtir kağızı, «ağ lent» MRTU 6-09-1678-77.
- karbon 4 xlorid, DÜİST 20288-74. «k.t.» və ya xloroform TŞ 6-09-06-800-76, «k.t.»
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «k.t.» qatı.

5.3.3. Nümunənin götürülməsi və analizin aparılması

Neft məhsullarının suda həllolması yox dərəcəsində olduğundan onlar suda asılı vəziyyətdə olurlar: suda onlar xüsusi təbəqə əmələ gətirərək qabın divarlarında və mexaniki çirkərlərin hissəciklərində absorbsiya olunur. Analiz üçün 200-dən 1000 sm³ qədər nümunə götürülür. Nümunə üçün götürülən qab nümunənin həcminə uyğun olaraq götürülür, təmiz yuyulur və qurudulur. Nümunəni götürməzdən əvvəl qab nümunə üçün götürülən su ilə yaxalanır və bütün həcm neft məhsullarının ekstraksiyası üçün istifadə olunur. Nümunənin temperaturu həmişə 20-25°C olmalıdır.

5.3.4. Analizin aparılması

5.3.4.1. Çəki metodu. Su nümunəsi bölgülü qıfa tökülür, nümunə götürülən qab iki dəfə 10 sm³ həlledici ilə yaxalanır və bölgülü qıfa tökülür. Qıfdakı analiz olunan məhlul intensiv olaraq bir dəqiqə çalxalanır. Maye parçalandıqdan sonra aşağı üzvi təbəqə əvvəlcədən qurudulub çəkilmiş büksə tökülür. Vacib olduqda «ağ lent» filtrindən süzülür, filtr kağızı filtirləmədən əvvəl və sonra həlledici ilə yuyularaq büksə tökülür. Bölgülü qıfa yenidən 20 sm³ həlledici tökülür və birinci şəraitdə olduğu kimi ekstraksiya təkrar olunur. Ekstraksiya rəngsiz üzvi təbəqə alınana qədər aparılır və bu zaman alınanlar eyni bir büksə tökülür. Ekstraksiya zamanı eyni şəraiti gözləmək lazımdır: nümunənin temperaturu, tezliyi, intensivliyi və qıfın çalxalanma müddəti.

Büks xloroform ilə ekstraksiya zamanı 65-68°C temperaturda, karbon 4 xlorid ilə ekstraksiya etdikdə isə 81-84°C temperaturda su hamamında yerləşdirilir. Həlledici buxarlandırıldıqdan sonra ağzı

açıq büksü içərisində közərdilmiş kalsium xlor və ya 1000°C –də közərdilmiş kalsium oksid olan eksikatora yerləşdirib sabit çəkியə gələnə qədər saxlanılır. Çəkmə zamanı büksün qapağı örtülür. Bütün çəki əməliyyatları 0,0002 qram dəqiqliklə həyata keçirilir.

5.3.4.1.1. Nəticələrin hesablanması

Analiz olunan suda neft məhsullarının kütlə qatılığı (X) mq/dm^3 formulu ilə hesablanır.

$$X = \frac{(a - a_1) \cdot 1000}{V}$$

burada :

a – büksün neft məhsulları ilə birgə çəkisi, qram;

*a*₁ – boş büksün qapaqla birgə çəkisi, q;

V – analiz üçün götürülən nümunənin çəkisi, sm^3 .

5.3.4.2. Kolorimetrik metod

5.3.4.2.1. Dərəcəli grafiğin qurulması

Standart məhlullar hazırlanır.

a) Analiz olunan suyun hansı neft məhsulu ilə çirkləndiyi məlumdursa, onda əvvəlcə tərkibində 10 q/dm^3 bu maddədən olan ilkin məhlul hazırlanır. 1 qram neft məhlulu 100 sm^3 həcmə malik quru kolbaya tökülür və o seçilmiş həlledicidə həll edilir. Məhlulun həcmi həmin həlledici ilə cizgiyə qədər çatdırılır və məhlul qarışdırılır. 100 mq/dm^3 qatılığa malik standart məhlul ilkin məhlulu 100 dəfə qarışdırmaqla alınır.

b) Əgər çirklənmənin miqdarı məlum deyilsə, onda standart məhlul aşağıdakı şəkildə hazırlanır. Tədqiq edilən sudan bir neçə dm^3 götürülür (bu həcm tərkibində 30 mq neft məhsulları olmalıdır) və neftli məhsulların kütlə qatılığı qravimetrik üsulla təyin edilir. Çəkdikdən sonra neft məhsullarının çöküntüsü seçilmiş həlledicidə həll edilir, sonra məhsul 100 sm^3 quru ölçü kolbasına köçürülür, cizgiyə qədər həlledici ilə doldurulur.

Tərkibində 10 mq neft məhsulu olan məhluldan 100 sm^3 -lik götürüb quru ölçü kolbasına tökülür, həlledici ilə cizgiyə qədər gətirilir və qarışdırılır.

Quru konusvarı kolbalara tərkibində 10 mq/dm^3 neft məhsulu olan 1, 2, 3, 5, 10 sm^3 standart məhlul tökülür. 10 sm^3 qatı sulfat turşusu əlavə edilir. Kolbalar 5 dəqiqə qaynayan su hamamında

qızdırılır və sonra otaq temperaturuna qədər soyudulur. Rəngli məhlullar 20 mm qalınlıqlı küvetdə 420 nm dalğa uzunluğunda ölçülür. Müqayisə üçün sulfat turşusundan istifadə olunur ki, oda əvvəldən 5 dəqiqə su hamamında saxlanılır və otaq temperaturuna qədər soyudulur.

Ölçmənin nəticələrinə görə qrafik qurulur, absis oxunda götürülən həcmdə olan neft məhsulunun mq-la qatılığı, ordinat oxunda isə optiki sıxlıq qeyd olunur.

5.3.4.2.2. *Analizin gedişi.* Su nümunəsi bölgülü qıfa keçirilir, qablar 2 dəfə (hər dəfə) 10 sm³ həlledici ilə yuyulur və neft məhsulu çəki metodundakı şəraitə anoloji olaraq ekstaksiya olunur, ancaq çəki metodundan fərqli olaraq ekstrakt stəkana və ya 75 sm³ həcmə malik konusvarı kolbaya tökülür və həlledici ehtiyatla su hamamında həlledicinin buxarlanma temperaturuna uyğun temperaturda buxarlandırılır.

Neft məhsulu olan stəkanın divarları pipetka ilə 10 sm³ qatı sulfat turşusu tökərək yuyulur. Stəkan 5 dəqiqə qaynayan su hamamında saxlanılır və sonra otaq temperaturuna qədər soyudulur. Rəngli məhlulun optiki sıxlığı uducu təbəqəsinin qalınlığı 20 mm olan küvetdə 420 nm dalğa uzunluğunda ölçülür. Müqayisə üçün 5 dəqiqə su hamamında saxlanılıb otaq temperaturuna qədər soyudulan sulfat turşusu məhlulundan istifadə olunur.

Neft məhsulunun nümunədə miqdarı qurulmuş qrafikə əsasən tapılır.

5.3.4.2.3. *Nəticələrin hesablanması*

Suda neft məhsulunun kütlə qatılığı (X) mq/dm³ ilə aşağıdakı formulaya əsasən təyin edilir.

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

X – suda silisium oksidin kütlə qatılığı, mq/dm³;

a – nümunədə olan neft məhsulunun qrafikdən tapılmış miqdarı, mq;

V – analiz üçün götürülən nümunənin həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi, iki paralel nümunə üçün alınan nəticələrin riyazi orta qiyməti götürülür.

5.4. Suyun ümumi codluğunun təyini üzrə metodika

Suyun codluğu dedikdə 1 dm³ suyun tərkibində olan kalsium və maqnezium ionlarının milliqram ekvivalent və ya mikroqram-ekvivalentlə ifadə olunmuş miqdarı nəzərdə tutulur. Ca⁺² və Mg⁺² ionlarının qatılığından asılı olaraq suda aşağıdakı kimyəvi analiz metodları tətbiq edilir:

a) codluq 5 mkq-ekv/dm³- dan böyük olduqda trilonmetrik (kompleksometrik) metod.

b) codluq 0,2-dən 5,0 mkq-ekv/dm³ qədər vizual - kolorimetrik üsuldən istifadə edilir.

5.4.1. Trilonmetrik metod

Bu metod kalsium və maqnezium ionlarının birləşmələr əmələ gətirmək qabiliyyətinə əsaslanır.

5.4.1.1. Qablar, reaktivlər

- Büretka, həcmi 25 sm³, bölgüsü 0.10 sm³, DÜİST 20292-7.
- Büretka həcmi 5 sm³, bölgülü 0,02 sm³, DÜİST 20292-74.
- Pipetka, həcmi 5 sm³, 100 sm³, DÜİST 20292-74.
- Kolbalar, həcmi, 100, 1000 sm³, DÜİST 1770-74.
- Silindr, həcmi 100 sm³, DÜİST 1770-74
- Kolba, altı düz konusvarı, həcmi 200-300 sm³, K_n tipli, DÜİST 25336-82.
- Şüşə damcıladıcı, DÜİST 25336-82.
- Trilon-B (etilendiamintetra sirkə turşusunun dinatrium duzu) DÜİST 10632-73, məhlulu qatılığı 0,1, 0,01, 0,001 mol/dm³ (0,1n, 0,01n, 0,001 n).
- Ammonyak, DÜİST 3760-79, 25%-li sulu məhlul.
- Ammonium-xlorid, DÜİST 3773-72, «k.t»
- İndikatorlar:
- Erioxrom qara – T (xromogen qara xüsusi EQ-00) MRTU 6-09-1760-72 «a.ü.t» və ya turşulu xrom tünd-göy, TŞ 6-09-3870-75, «a.ü.t», və ya turşulu xrom göy-K
- Rektifikasiya olunmuş etil spirti, DÜİST 18300-72
- Natrium-sulfid, DÜİST 2053-77 «a.ü.t»
- Hidroksilamin hidroxlorid, DÜİST 5456-79 «a.ü.t» 5%-li məhlul, 1 həftə ərzində davamlıdır.

- Maqneziumetilendiamintetraasetat (Mg EDTA)
- Kalsium etilendiamintetraasetat (Ca EDTA)

5.4.1.2. Reagentlərin hazırlanması. Reaktiv məhlullarının hazırlamaq və nümunəni durulaşdırılması üçün distillə suyundan istifadə olunur.

5.4.1.2.1. Ammonyak bufer məhlulu (pH 10). 20%-li ammonium-xlorid məhlulu hazırlanır: 80 sm³ 25%-li ammonyak məhlulu ilə 100 sm³ ammonium-xlorid məhlulu qarışdırılır, məhlulun həcmi distillə suyu ilə 1 dm³-ə çatdırılır.

5.4.1.2.2. İndikatorlar. 0,5 qram seçilmiş indikatorlardan biri 20 sm³ amonyaklı bufer məhlulunda həll edilir və məhlulun həcmi etil spirti ilə 100 sm³-dək çatdırılır. Məhlullar tünd rəngli kip qablarda saxlanılır. Erixrom qara T məhlulu bir həftə davamlıdır, xrom göy və xrom tünd-göy bir ay davamlıdır.

5.4.1.3. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq. Su nümunəsi təmiz yuyulub qurudulmuş qablara keçirilir. Codluğun təyini ancaq analiz götürülən günü aparılır. Analiz olunan su filtirləmə və çökdürmə yolu ilə tərkibindəki maddələrdən azad olunur. İş zamanı analiz olunan suyun tərkibindəki codluq yaradan duzların miqdarından aslı olaraq müxtəlif qatılıqlı trilon B məhlulundan istifadə olunur (cədvəl 5.4).

Cədvəl 5.4.

Cod duzların qatılığı, mq-ekv/dm ³	Analiz üçün götürülən suyun miqdarı, sm ³	Trilon -B məhlulunun qatılığı, mol/dm ³	Büretka	
			Həcmi, sm ³	bölgü ölüsü, sm ³
0 ÷ 50	100 ÷ 200	0,001	2-10	0,01-0,02
50 ÷ 500	100	0,01	5-10	0,02
500 ÷ 1000	100	0,01	25	0,1
1000 ÷ 20000	100	0,1	25	0,1

5.4.1.4. Analizin aparılması. Analizin gedişatı nümunənin tərkibində olan maneçilik törədən maddələrin miqdarından asılıdır.

5.4.1.4.1. Nümunədə qarışıqlar olmayanda codluğun təyini. 250 sm² konusvarı kolbaya pipetka ilə şəffaf məhluldan o qədər tökülür ki, bu məhlulun titrlənməsinə təxminən 5 sm³-dən çox

tirilon B məhlulu getməsin, əks halda nümunənin həcmi azaldılır və ya daha qatı tirilon B ilə titrlənir.

Götürülmüş həcm distillə suyu ilə 100 sm³-ə çatdırılır, üzərinə 5 sm³ amonyaklı bufer məhlulu və 5-7 damcı indikator əlavə edilir.

İntensiv qarışdırmaqla məhlul tirilon B ilə qarışdırılır: xrom göy və tünd göy qırmızı rəngdən göyümtül – yasəmən rəngə, erioxrom qara T çaxır-qırmızı rəngdən göy rəngə keçənə qədər davam etdirilir.

5.4.1.4.2. *Nəticələrin təhlili.* Analiz olunan suyun codluğunu mq-ekv/dm³ (J) və ya mq-ekv/dm³ (J₁) aşağıdakı formula əsasən hesablanır:

$$J = \frac{a \cdot c \cdot K \cdot 1000}{V}$$

$$J_1 = \frac{a \cdot c \cdot K \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – titrləməyə gedən trilon B məhlulunun həcmi, sm³;

c – trilon B məhlulunun qatılığı, mol/dm³;

K – trilon B məhlulunun düzəliş əmsalı;

V – analiz olunan suyun həcmi, sm³.

5.4.1.4.3. *Manqan ionları olan codluğun təyini.* Əgər nümunədə manqanın miqdarı 0,1 mq-dan çoxdursa, onda məhlula bufer məhlulu əlavə edildikdə boz rəng alınır və titrləmə mümkünsüz olur. Nümunə yenidən götürülür, distillə suyu ilə 100 sm³-ə çatdırılır və 5-6 damcı hidrosilamin məhlulu əlavə edilir. Məhlul qarışdırılır, reaktivlər əlavə edilir və 5.4.1.4.1.-ə əsasən təyin edilir.

5.4.1.4.4. *Cu və Zn iştirakilə codluğun təyini.* Nümunənin üzərinə 100 sm³-a qədər distillə suyu əlavə edildikdən sonra ammonyaklı bufer əlavə etməzdən əvvəl 1 sm³ natrium-sulfid əlavə olunur və sonra 5.4.1.4.1.-də göstəriləni kimi codluq təyin olunur.

5.4.2. Vizual-kolorimetrik metod

5.4.2.1. *Üsulun mahiyyəti.* Bu üsul buxar kondensatından və qidalandırıcı suda 0,2-0,5 mq-ekv/dm³ həddində ümumi codluğu təyin edilməsi üçün nəzərdə tutulmuşdur. Suyun ümumi codluğu

onun tərkibində olan mkq-ekv/dm^3 ilə ifadə olunan kalsium və maqnezium kationlarının qatılığı ilə xarakterizə olunur.

Bu üsul kalsium və maqnezium ionlarının trilon B və xrom tünd-göy ilə kompleks birləşmə əmələ gətirməsinə əsaslanır. Kompleks rəngdəyişdirici ilə rənglənməsi kalsium və maqnezium ionlarının suda qatılığına uyğundur.

Vizual-kalorimetrik üsul həcmi trilonometrik üsula nisbətən daha dəqiqdir, çünki analiz olunan nümunədə kalsium ionları ekvivalent miqdarda maqnezium ionları ilə əvəz olunur. Maqnezium kalsiuma nisbətən xrom tünd-göy rəngləyicisi ilə daha parlaq rəng verir. Bununla bərabər maqnezium kalsiuma nisbətən trilon B ilə daha az möhkəm kompleks birləşmə əmələ gətirir. Tərkibində kalsium ionları olan məhlula maqnezium trilonat əlavə edildikdə sürətlə əvəzetmə reaksiyası gedir.



Bu reaksiyanın hesabına bütün codluq Mg^{+2} ionları ilə xarakterizə olunur. Bundan sonra nümunəyə əlavə edilən xrom tünd-göy rəng dəyişdiricisi ancaq maqnezium kompleksi əmələ gətirir ki, bu zaman rəngin intensivliyi kalsiumdakına nisbətən 10 dəfə böyükdür. Nümunənin rəngini imitator şkalası ilə müqayisə edirlər. Vizual-kolorimetrik metodun həssaslığı 0.2 mkq/dm^3 .

Vizual-kolorimetrik metodla çox kiçik codluqlar təyin olunur və buna görə də suda hətta çox kiçik miqdarda digər ionlar olduqda belə onlar trilon B və xrom tünd göy ilə kompleks əmələ gətirərək analizə mane olur. Bu qarışıqların maneçiliyini aradan qaldırmaq üçün suya kənar ionlarla möhkəm komplekslər yaradan natrium dietil ditiokarbamat əlavə olunur.

5.4.2.2. Qablar, reaktivlər

- Ölçü kolbaları, həcmi 1000 sm^3 , DÜİST 1770-74.
- Pipetkalar, DÜİST 20292-74.
- Silindrlər, DÜİST 1770-74.
- Rəngsiz şüşədən silindrik qablar və ya şəffaf şüşədən 150 sm^3 -lik həcmə malik kolbacıqlar.
- Kationit təmizləmə üçün şüşə kolonkalar: diametr 25 mm, hündür 700 mm.
- Trilon B, (etilendiamintetrasirkə turşusunun dinatrium duzu) DÜİST 10652-73, məhlulun qatılığı ($1/2 \text{ EDTA}$)= $0,001 \text{ mol/dm}^3$ (0.001 n.)

- MgSO_4 , 0,001n məhlul. DÜİST 4523-77, məhlulun qatılığı ($1/2 \text{MgSO}_4$)=0,001 mol/dm³ (0,001n).
- Sulu ammonyak, DÜİST 3773-72, «kt» 20%-li məhlul.
- Xlorid turşusu DÜİST3118-77 «k.t.» 5%-li və qatı məhlul.
- Natrium xlorid, DÜİST 4233-77, «k.t.» 7%-li məhlul.
- İndiqator metil –çəhrayı, DÜİST10816-64, 0.1%-li məhlul.
- Normal butil spirti, DÜİST 6006-78.
- Dietilditikarbomat natrium, DÜİST 8864-71, «a.ü.t.» 0,1%-li məhlul.
- Kationit KU-2-9 H-formalı, DÜİST 20298-74.
- Xrom tünd-göy boyaq, DÜİST 14091-78, 0,02 %-li suda məhlul.
- Aktiv parlaq-göy boya KX, DÜİST 20447-75.
- Turş şəfəf-qırmızı boya, DÜİST 10850-64.
- Asan yuyulan qırmızı boya, DÜİST 16823-71.

5.4.2.3. Reaktivlərin və reagentlərin analizə hazırlanması

5.4.2.3.1. *Maqnezium trilonat məhlulu.* Qatılığı 0,001 mol/dm³ olan 525 sm³ trilon B məhlulu və 0,001 mol/dm³ qatılıqlı 500 sm³ maqnezium-sulfat məhlulu ilə qarışdırılır və yaxşı çalxalanır. Trilon B məhlulunun artıq götürülməsi natrium trilonatın nəzərə çarpmayacaq dissosiasiyası zamanı yaranan Mg^{2+} sərbəst ionları ilə əlaqə yaratmaq üçün vacibdir.

Məhlul qarışdırılır və əvvəlcədən yuyulub qurudulmuş polietilen qablarda saxlanılır. Məhlulu 1 ay müddətində işlətmək olar.

5.4.2.3.2. *Ammonyak bufer məhlulu.* 100 sm³ 20%-li ammonium xlorid məhlulu və 100 sm³ 20%-li ammonyak məhlulu qarışdırılır, həcmi distillə suyu ilə 1 dm³-ə çatdırırlar. Məhlul ağzı yaxşı bağlanan polietilen qablarda saxlanılır.

5.4.2.3.3. *Tünd-göy xrom boyası.* 0,2 qram boya 1 dm³ distillə suyunda həll edilir.

Sənayedə istehsal olunan bu reaktiv çox vaxt kalsium və maqnezium duzları ilə çirklənir, lakin bu hal reaktivdən trilonometrik titrləmədə indiqator kimi istifadə etməyə maneçilik törətmir, ancaq vizual-kolorimetrik metod üçün çətinliklər yaradır.

5.4.2.3.4. *Tünd-göy xrom boyasının təmizlənməsi.* Rəng məhlulunun maneçilik törədən qarışıqlardan təmizlənmək üçün Na-formalı kationitlə doldurulmuş ionit filtirdən keçirilir.

Laboratoriya filtri KU-2-8 kationiti ilə doldurulur ki, bu zaman filtirin diametri 25 mm kationit təbəqəsinin hündürlüyü isə 500 mm olmalıdır. Kationit 5%-li xlorid turşusu məhlulu ilə yuyulur (məhlulun miqdarı 0,5 dm³, temperatur 60°C, kecmə müddəti 1-1,5 dm³/saat) turşu distillə suyu ilə sıxışdırılıb çıxardılır və onunla da eyni zamanda kationit 4-5 dm³/saat sürətlə neytral reaksiyaya qədər (metil narıncı) yuyulur.

Kationitin üzərindən 1-1,5 dm³/saat sürətlə 1 litr 7%-li NaCl məhlulu buraxılır, sonra isə 1 litr distillə suyu ilə yuyulur. Bundan sonra məhlul işə hazırdır.

Boya məhlulu natrium-kationit üzərindən 2,5 dm³/saat sürətlə buraxılır. Boya məhlulu filtirdən buraxıldıqdan sonra 4-5 dm³/saat sürətlə distillə suyu ilə yuyulur.

Göstərilmiş ölçüdəki filtirdən 200-300 dm³ boya məhlulu keçirmək olar, bundan sonra kationitin xörək duzu məhlulu ilə regenerasiyası aparılır.

5.4.2.3.5. İmitator şkalasının hazırlanması. İmitator şkalası müəyyən vaxt ərzində dəyişməyən boya məhlullarından hazırlanır: 0,3 qram aktiv şəffaf-mavi KX rəngini 0,01 qram dəqiqliklə çəkib götürür 1 dm³ ölçü kolbasında distillə suyunda həll edib həcmi cizgiyə qədər çatdırılır. Yaxşı qarışdırılır. Alınan məhlul 5 dəfə durulaşdırılır və imitator şkalasının qurulmasında istifadə olunur.

0,3 qram turşu şəffaf-qırmızı rəngi 0,01 qram xəta ilə götürülərək 1 dm³ ölçü kolbasında həll edilir, 5 sm³ qatı xlorid turşusu ilə turuşulaşdırılır və distillə suyu ilə cizgiyə çatdırılır. Yaxşı qarışdırılır. Alınan məhlul 10 dəfə durulaşdırılır və bu məhluldan imitator şkalasını hazırlanmasında istifadə edilir.

İmitatorların rəngli şkalasını hazırlamaq üçün eyni silindrik şüşə qablara (və ya eyni kolbacıqlara) hər birinə 90 sm³ və cədvəl 5.5.-də göstərilədiyi kimi müxtəlif miqdarda işçi boya məhlulları əlavə edilir.

Cədvəl 5.5.

Etalonun rənginin uyğun gəldiyi codluq, mkq-ekv/dm ³	Rəng məhlullarının həcmi, sm ³	
	aktiv şəffaf-mavi KX	turşulu şəffaf- qırmızı
0,0	9,5	0,5
0,2	9,3	0,7
0,5	9,0	1,0
1,0	8,6	1,4

2,0	8,1	1,9
3,0	7,6	2,4
5,0	6,7	3,3

Boya məhlullarını pipetka və büretka ilə götürmək olar. Şüşə qablardakı məhlullar yaxşıca qarışdırılır və kip ağızlıqlarla bağlanılır.

Hazırlanmış imitator şkalası işıq düşməyən yerdə saxlanılır. Bu şəraitdə məhlullar öz rənglərini üç ay müddətində dəyişmirlər.

5.4.2.4. Analiz üçün nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması

Nümunə təmiz yuyulmuş qabda götürülür. Codluq analiz götürülən günü təyin olunmalıdır. Analizdən əvvəl analiz olunan su filtirdən keçirilməli və ya çökdürülməlidir.

5.4.2.5. Analiz aparılması

5.4.2.5.1. Səffaf şüşədən olan silindrik qaba 100 sm^3 analiz olunan su götürülür, üzərinə 2 sm^3 ammonyak-bufer qarışığı 2 sm^3 maqnezium-trilonat tökülür, yaxşıca qarışdırılır və 3 dəqiqə saxlanılır. Sonra isə 1 sm^3 xrom tünd-göy indiqatoru əlavə edilir, qarışdırılır və 2 dəqiqədən sonra götürülən silindrdəki rəng imitator şkalasının rəngi ilə müqayisə edilir. Əgər analiz edilən suda Cu^{+2} ionları 15 mkq/dm^3 -dən çox miqdardadırsa, onda onun üzərinə ammonyak-bufer qarışığından əvvəl 5 damcı natrium dietilditiokarbat əlavə olunur.

5.4.2.5.2. Analiz olunan suda müəyyən miqdar maneçilik törədən ionlar olduqda codluğun təyini.

Bu halda 100 sm^3 analiz olunan su qıfı tökülür, üzərinə 5 damcı natrium dietilditiokarbat, 2 sm^3 ammonyaklı bufer məhlulu və $10\text{-}15 \text{ sm}^3$ butil spirti əlavə edilir. Qarışıq intensiv olaraq çalxalanır. Maye təbəqələşəndən sonra onun su hissəsi silindrik şüşə qaba tökülür və 5.4.2.5.1. bölməyə uyğun olaraq analiz davam etdirilir.

5.4.2.6. Analiz nəticələrinin təhlili

Ümumi codluq (X) mkq-ekv/dm^3 işçi nümunənin yerləşdiyi silindrin rənginin imitator şkalası olan silindrin rəngi ilə müqayisəsinə əsasən təyin edilir.

5.5. Suda ammonyaklı azotun təyini üzrə metodika

5.5.1. Mahiyyəti və təyinatı

Bu üsül 1 litr suda ammonyakın miqdarı 150 mq-dan 2 mq-a qədər olduqda onun təyini üçün nəzərdə tutulmuşdur.

Üsulun mahiyyəti. 3 dəqiqə ərzində ammonyakın duzları qələvi mühitdə sərbəst ammonyak ayrılmaqla parçalanır. Nesler reaktivini ilə qarşılıqlı təsiri nəticəsində suda az həll olan boz-qəhvəyi rəngdə ammonyak yod-civə birləşməsinin kolorimetrdə optiki sıxlığının ölçülməsindən ibarətdir. Bu üsul 50 sm³ kolorimetrlənən həcmdə 7 mq ammonyakı təyin etməyə imkan verir. Paralel təyinlər arasında buraxıla bilən xəta $\pm 10\%$.

Analizin aparılma müddəti 10 dəqiqədir.

5.5.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr: KFK və ya digər markalı.
- Kolbalar, 50, 100, 1000 sm³ tutumu, DÜİST 1770-74E
- Pipetkalar, tutumu 5,50,100 sm³, DÜİST 20292-74
- Slindr, tutumu 100 sm³, DÜİST 1770-74
- «Nessler» reaktivini, TŞ 6-09-2089-71, «a.ü.t.» bu reaktiv olmadıqda: Civə-iki yodid «a.ü.t.» DÜİST 3206-46.
- Kalium-yodid «k.t.» DÜİST 4232-74.
- Kalium-hidroksid «k.t.» DÜİST 2363-80. 30%-məhlul.
- Ammonium-xlorid, DÜİST 3773-72. «k.t.» və ya fiksanal TU 6-09-2540-72.
- Metallik yod, DÜİST 4159-64, «a.ü.t.», qatılığı $(\frac{1}{2}J_2) = 0,1$ mol/dm³ (0,1n) olan məhlul.
- Natrium-sulfit, DÜİST 195-77, «a.ü.t.» və ya natrium sulfit kristallik, DÜİST 429-76, «a.ü.t.» qatılığı $(\frac{1}{2}Na_2SO_3) = 0.1$ mol/dm³ (0,1 n.) olan məhlul.
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77.
- Alüminium- sulfat, DÜİST 3758-75.
- Xloroform, DÜİST 2015-74.
- Kalium –natrium çaxır turşusu (seqnet duzu) DÜİST 5845-79.

5.5.3. Reagentlərin hazırlanması

Reagent məhlullarını hazırlamaq üçün, nümunəni və standart məhlulları durultmaq üçün distillə suyundan istifadə olunur, hansı ki, təmizlədikdən sonra tutumu 3-5 dm³ şüşə qablarda saxlanılır. Bu qablar içərisi sulfat turşusu ilə dolu tıxacla bağlanır.

5.5.3.1. «Nessler» reaktiv. «Nessler» reaktivini olmadıqda onu hazırlamaq mümkündür. Bunun üçün 10 qram cıvə 2-yodid və 5 qram kalium yodid farfor həvəng dəstə ilə əzilir və azca distillə suyu əlavə edilir. Sarımtıl maye 100 sm³ tutuma malik silindrə yerləşdirilir və üzərinə 50 sm³ 30%-li kalium hidroksid məhlulu əlavə olunur, distillə suyu ilə 100 sm³ həcmə çatdırılır və məhlul qarışdırılır, bu zaman silindrin ağızı rezin tıxacla bağlanılır. Reaktiv ancaq tam şəffaf olduqdan sonra istifadə etmək olar. Şəffaf maye sifonla tünd rəngli şüşəyə boşaldılır və qaranlıq yerdə saxlanılır.

5.5.3.2. Standart ammonium-xlorid məhlulu. Ehtiyat məhluldan kütlə qatılığı 5 mkq/sm³ olan ammonyak məhlulunu hazırlamaq üçün 0,3147 qram ammonium xlorid 105°C qurudulur, ölçü kolbasında distillə suyunda həll edilir və həcmi 1 dm³-a çatdırılır. 1 sm³ bu maddənin tərkibində 0,1 mq ammonyak vardır. Reaktiv 1 həftə ərzində yararlıdır. İşçi məhlulu hazırlamaq üçün 5 sm³ ehtiyat məhlulu 100 sm³ ölçü kolbasına tökülür və distillə suyu ilə cizgiyə qədər çatdırılır. 1 sm³ məhlulda 5 mkq ammonyak vardır. Məhlul hazırlanan gün yararlıdır.

5.5.3.3. 0,1 mol/dm³ qatılıqlı natrium-sulfit məhlulu. 0,63 qram sulfit və ya 1,26 qram natrium sulfit kristalhidratı 100 sm³ ölçü kolbasında distillə suyunda həll edilir və cizgiyə qədər çatdırılır, yaxşı qarışdırılır. Məhlul bir həftə ərzində yararlıdır və tünd rəngli şüşə qabda saxlanılır.

5.5.4. Dərəcəli qrafikin qurulması

50 sm³-lik bir neçə ölçü kolbasına, 5 mkq/sm³ qatılıqlı ammonyakı olan, 1, 2, 3 və 5 sm³ standart ammonium-xlorid məhlulu töküüb distillə suyu ilə xəttədək çatdırıb, yaxşı qarışdırırlar. Hər kolbaya 1 sm³ «Nessler» reaktivini töküüb diqqətlə qarışdırırlar. Hər məhlulu dəqiq 3 dəqiqə saxlayıb, analizdə olduğu kimi optik sıxlığını ölçürlər. Yoxlayıcı təcrübə üçün tərkibində 50 sm³ distillə suyu olan məhluldan və dəqiq 3 dəqiqə saxlanmış 1 sm³ «Nessler» reaktivindən istifadə edilir.

Ölçmələrin nəticəsinə görə, absis oxunda ammoniyakın nümunədəki kütlə qatılığı (mkq) və ordinat oxunda isə yoxlayıcı təcrübə nəzərə alınmaqla müvafiq optik sıxlıq yazılaraq qrafik qurulur.

5.5.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması

Nümunəni tıxaclı qurudulmuş şüşə qaba toplayıb dərhal analiz edirlər. Nümunəni 3-4°C-də və ya 1 sm³ qatı sulfat turşusu və ya 2-4 sm³ xloroforma töküüb konservləşdirərək 1 sutka saxlamaq olar. Analizdə 10-50 mkq ammoniyakın kütlə qatılığı olan nümunədən 50 sm³-dək istifadə edirlər. Əgər ammoniyak 50 mkq-dan çoxdursa, nümunəni distillə suyu ilə durulaşdırırlar.

Analiz suyunda ammonium duzları ilə yanaşı bəzi maddələr ammoniyakın təyin edilməsinə maneçilik törədir və onların təsirinə aradan qaldırılmasını tələb edir.

5.5.5.1. Hidrazin, hidrosilamin, sulfid və sulfatlar olduqda.

50 sm³ ölçü kolbasında 40 sm³-dək nümunənin üzərinə açıqsarı rəngli maye olanadək 0.1 mol/dm yod məhlulunu damcı-damcı əlavə edirlər. 2 dəqiqə sonra damcı ilə 0.1 mol/dm natrium-sulfit məhlulunu izafi yodun tam birləşməsi üçün (rəngin itməsi) daxil edirlər. Sulfitin azca artığı (1-2 damcı) maneə olmur. Çox artıq olması arzu edilməzdir. Sonra kolbanı distillə suyu ilə xəttədək doldurub, 1 sm³ «Nessler» məhlulu töküüb, 3 dəqiqədən sonra kolorimetrlə təyin edilir.

5.5.5.2. Su nümunəsində Ca⁺² və Mg⁺² ionları iştirak etdikdə.

Suda maqnezium və kalsium ionlarının qatılığı 1 mq-ekv/dm³-dən çox olduqda, dəmirin miqdarı 0,2 mq/dm³-dən çox olduqda onlar ammoniyakın təyininə maneçilik törədir, bunların təsiri nümunəyə «Nessler» reaktivi 1 sm³ seqnet duzu məhlulu əlavə etməklə aradan qaldırılır.

Ammoniyakın təyininə bor turşusu da maneçilik törədir, hansı ki, verilmiş sularda onların iştirakı güman edilmir. Bulanıq nümunələr filtirlənir. Əgər filtrat sonra yenə bulanıqdırsa, onda verilmiş nümunə alüminium sulfat ilə təmizlənir.

5.5.6. Analizin aparılması

Analizə hazırlanmış su nümunəsindən 50 sm³ ölçü kolbasına cizgiyə qədər, əgər az miqdarda həcm su nümunəsi götürülsə onun həcmi distillə suyu ilə 50 sm³-ə çatdırılır. Sonra üzərinə 1 sm³ «Nessler» reaktivi əlavə edilir, yavaş-yavaş qarışdırılır, 3 dəqiqə sonra məhlulun rəng intensivliyi 455 nm dalğa uzunluğu və uducu səthin qalınlığı 50 mm olan küvetdə ölçülür. Müqayisə məhlulu kimi distillə suyundan istifadə edilir. Sınaq təcrübəsi üçün 50 sm³ distillə suyu götürülür, «Nessler» reaktivi əlavə edilir, işçi məhlulda olduğu kimi 3 dəqiqə saxlanılır.

Ammonyaklı azotun nümunələrdə kütlə qatılığı qrafikdən təyin edilir.

5.5.7. Nəticələrin təhlili

Analiz olunan suda ammonyaklı azotun kütlə qatılığı (X) mkq/dm³ aşağıdakı formul üzrə hesablanır.:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{v}$$

Burada:

a – analiz üçün götürülən nümunənin həcmində ammonyakın kütləsi, mkq; (*v* – nümunənin həcmi, sm³).

Nümunəni durulaşdırdıqda ammonyaklı azotun qatılığı aşağıdakı formul üzrə hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot \kappa \cdot 1000}{v}$$

Burada:

K – durulaşma dərəcəsi.

Təyinin nəticəsi kimi iki təyinin orta riyazi qiyməti götürülür.

5.6. Suda misin fotokolorimetrik üsulla təyini üzrə metodika

5.6.1. Təyinatı və mahiyyəti

Mis kuprizonla və PAR indiqatoru ilə 10-dan 100 mkq/dm³ qədər kütlə qatılığında, qurğuşun dietildikarbonat ilə isə 10

mkq/dm³-dən aşağı kütlə qatılığında kolorimetrik üsulla təyin edilir.

Misin 100 sm³ analiz olunan suda kuprizon və PAR indikatoru ilə təyin olunma həddi 10 mkq/dm³, qurğuşun dietilditikarbommatla təyin olunma həddi 2 mkq/dm³.

5.6.1.1. Kuprizonla misin təyini. Kuprizonla pH 8-9,5-də mis ionları ilə mavi rəngdə birləşmə əmələ gətirir. Rəngin intensivliyi məhlulda misin qatılığına uyğundur: kuprizon xüsusi rəngə malik deyil.

50 sm³ kolorimetrik ölçülən həcmdə Zn, Co, Cr, 10 mkq-a, dəmir 50 mkq-a, nikel 2 mkq-a qədər olduqda analizin nəticəsinə təsir göstərmir. Xəta 16%-dən çox olmamalıdır. Analizin müddəti 30 dəqiqədir.

5.6.1.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK və ya digər marka
- Üstü bağlı soba, DÜİST 306-76
- Kolbalar, tutumu 50,100,250,500,1000 sm³, DÜİST 1770-74.
- İcra pipetkaları, 2, d.s. 1,5,10,25 sm³, DÜİST 20292-74
- Silindrlər, tutumu 100 sm³, DÜİST 1770-74.
- Buret, tutumu 10,25 sm³, d.ç.2, DÜİST 20292-74.
- Kn(a) və ya Kn(b) tipli konusvarı kolbalar, tutumu 100, 1000 sm³, DÜİST 10394-72.
- B-1-250 TC və ya H-1-250 TC tipli kimyəvi stəkanlar, DÜİST 25336-82.
- Kuprizon-bis (tsikloheksanol) – oksalidihidrazon, TŞ 6-09-14-1380-77 «t».
- Limon turşusunun ammonium duzu, DÜİST 3653-70 «a.ü.t.».
- Ammonyak, DÜİST 3760-79, «a.ü.t» 10 və 25%-li məhlul.
- CuSO₄x 5H₂O, DÜİST 4163-78, «k.t.».
- Rektifikasiya olunmuş etil spirti, DÜİST 18300-72.
- H₂SO₄, DÜİST 4207-77, durulşdırılmış (1:5) məhlul.

5.6.1.3. Reagentlərin hazırlanması. Reagentlərin hazırlanması, nümunələrin durulaşdırılması və standart məhlulların hazırlanması üçün distillə suyundan istifadə olunur.

Kuprizon məhlulu. 0,5 qram kuprizon 100 sm³ su spirt qarışığında (1:1) həll edilir, 40°C-yə qədər qızdırılır. Həll edildikdən

sonra məhlul soyudulur. 500 sm³-lik həcmə malik kolbaya keçirilir və spirt-su məhlulu ilə cizgiyə çatdırılır. Məhlul tünd rəngli şüşə qabda 3 aydan çox olmayaraq saxlanıla bilər.

Limon turşusunun ammonium duzu 10%-li. 10 qram reaktiv 90sm³ distillə suyunda həll edilir. Saxlama müddəti bir həftədir.

Misin standart məhlulu (1 mq/dm³ mis). Misin kütlə qatılığı 100 mq/dm³ olan ehtiyat məhlul hazırlanır. Bunun üçün 0,393 qram mis sulfat CuSO₄·5H₂O həcmi 1 dm³ olan ölçü kolbasında az miqdarda distillə suyunda həll edilir, 1 sm³ sulfat turşusu (1:5 nisbətdə durulaşdırılmış) əlavə edilir və məhlulun həcmi cizgiyə qədər çatdırılır. 1 sm³ ehtiyat məhlulunda 100 mkq mis vardır. İşçi standart məhlulu hazırlamaq üçün ehtiyat məhlulu 100 dəfə durulaşdırılır, 1 sm³ işçi məhlulda 1 mkq mis var. İşçi məhluldan ancaq hazırlanan gün istifadə etmək olar.

5.6.1.4. Qrafikin qurulması. 50 sm³ ölçü kolbalarına 0,5; 1; 2; 3; 5 sm³ misin kütlə qatılığı 1 mq/dm³ olan standart məhlul tökülür, məhlulun həcmi 40 sm³-ə distillə suyu ilə çatdırılır. Üzərinə 3 sm³ ammonium-limon duzu, 1 sm³ ammoniyak məhlulu, 2,5 sm³ kuprizon məhlulu tökülür, cizgiyə qədər distillə suyu ilə çatdırılır, qarışdırılır və 10 dəqiqə sonra işçi məhlul ölçülən şəraitdə optiki sıxlığı ölçülür. Ölçmənin nəticələrinə əsasən optiki sıxlığın misin mkq-la qatılığından asılıq qrafiki qurulur.

5.6.1.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması. Nümunə təmiz qurudulmuş şüşə qabla götürülür. Qab analiz olunan su ilə yaxalanmış. Analiz zamanı götürülən nümunənin bütün həcmi istifadə olunur. Mis qabın divarları tərəfindən adsorbsiya olunduğundan analiz təcili aparılmalıdır: 1 dm³ nümunəyə hesabata əsasən 3 sm³ (1:1) xlorid turşusu əlavə edilir. Misin qatılığı 0,5-5 mkq/dm³ olduqda, nümunənin həcmi 100-250 sm³ olmalıdır. Götürülmüş nümunənin hamısı stəkana tökülür, üzərinə 1 sm³ qatı azot turşusu əlavə edilir və həcmi 20 sm³ qədər buxarlandırılır.

5.6.1.6. Analizin aparılması. Buxarlandırılmış nümunə 50 sm³ ölçü kolbasına tökülür, stəkanın divarları bir neçə hissə su ilə yuyularaq kolbaya tökülür və kolbadakı məhlulun həcmi 40 sm³-ə çatdırılır. Nümunə ammoniyakla pH=7 qədər neytrallaşdırılır. pH universal indiqator kağızı ilə yoxlanılır. Sonra nümunənin üzərinə 3 sm³ ammonium-limon duzu məhlulu, 1 sm³ ammoniyak və 2,5 sm³

kuprizon məhlulu tökülür. Distillə suyu ilə kolbadakı məhlul cizgiyə çatdırılır, sakit qarışdırılır və 10 dəqiqədən sonra rəngli məhlulun optiki sıxlığı uducu səthini qalınlığı 50 mm olan küvetdə, 590-610 nm dalğa uzunluğunda ölçülür.

Sınaq təcrübə üçün 40 sm³ distillə suyu götürülür, 1 sm³ qatı HNO₃ (azot turşusu) əlavə edilir, ammoniyakla pH=7 qədər neytrallaşdırılır və yuxarıdakı ardıcılıqla bütün reaktivlər əlavə edilir. Ciz-giyə qədər su əlavə edilir və yavaşca qarışdırılır.

Nümunədə misin kütləsi qrafikə əsasən təyin edilir.

5.6.1.7. Nəticələrin hesablanması. Analiz olunan suda misin kütlə qatılığını (x) mkq/dm³ təyin etmək üçün aşağıdakı formuladan istifadə olunur:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – analiz olunan suda misin qrafikdən tapılmış kütləsi, mkq;
V – analiz olunan suyun həcmi, sm³.

5.6.2. Misin PAR indiqatoru ilə təyini

5.6.2.1. Təyinatı və mahiyyəti. Bu üsul mis ionlarının PAR (1-2-piridil-azo-rezorsin mononatrium duzu) indiqatoru ilə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və kolorimetrlə bu kompleksin optiki sıxlığının ölçülməsinə əsaslanır. Kompleks birləşmənin qatılığı artdıqca məhlulun rəngi sarı limon rəngindən qırmızı-çəhrayı rəngə qədər dəyişir.

Analiz müddəti 30 dəqiqədir. Misin təyininə dəmir və sink mane olur, ancaq 100 mq dəmirin və ya sinkin rəng intensivliyi 0,1 mkq misə uyğun gəlir və onların suda müəyyən hədd normasında olması praktiki olaraq analizə heç bir təsir göstərmir.

5.6.2.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər.

- Fotoelektrokolorimetr KFK və ya digər marka.
- Üstü örtülü elektrik qızdırıcısı, DÜİST 306-76.
- Kolbalar 50; 100; 500; 1000 sm³, DÜİST 1770-74.
- Silindr, tutumu 100 sm³, DÜİST 1770-74.
- Pipetkalar, tutumu 5, 10, 25 sm³, DÜİST 20292-74.
- Kn(a) və ya Kn(b) tipli konusvarı kolbalar tutumu 100, 1000 sm³, DÜİST 10394-72.

- Kimyəvi stəkanlar B-1-250 TC və ya H-1-250 TC tipli DÜİST 25336-82.
- İndikator PAR - 1-(2-piridip-azo-)-rezorsin, mononatrium duzu, MRTU 6-09-2882-66 «a.ü.t.»
- Azot turşusu, DÜİST 4461-77, «k.t» qatı.
- Limon turşusu, DÜİST 3652-69, «a.ü.t.»
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, durulaşdırılmış məhlul (1:5).
- Ammonyak, DÜİST 3760-79, «a.ü.t» 25%-li məhlul.
- NaOH, DÜİST 4328-77, «k.t» qatı (2 n), qatılığı $c(\text{NaOH})=2 \text{ mol/dm}^3$ (2n) olan məhlul.
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, DÜİST 4163-78, «k.t.»
- Universal indikator kağızı, M 6-09-1181-76.

5.6.2.3. Reagentlərin hazırlanması. Məhlulların hazırlanması, nümunələrin və standart məhlulların durulaşdırılması üçün distillə suyundan istifadə olunur.

PAR indikatoru

Toz halına salınmış indikator PAR-dan 0,025 qram 0,0002 qram dəqiqliklə çəkib 100 sm^3 həcmə malik ölçü kolbasına tökülür, distillə suyunda həll edilir və cizgiyə qədər su ilə çətdirilir. İndikator məhlulu filtirlənmir. Qaranlıq yerdə saxlanılır.

Ammonyak-limon turşu qarışığı (pH - 10.5). 200 qram limon turşusu (0,01 qram xəta ilə) çəkilərək hissə-hissə 400 sm^3 25%-li ammonyakın sulu məhlulunda odadavamlı şüşədən olan ölçü kolbasında həll edilir və həcm 1 dm^3 -dək çətdirilir. Qarışığı hazırlayarkən istiliyin ayrılması ilə əlaqədar olaraq təhlükəsizlik qaydalarına ciddi riayət etmək vacibdir. Alınmış məhlulun pH-ı pH -metrdə ölçülür və əgər pH 10,5-dən az olarsa məhlula ammonyak əlavə edilir.

Məhlul qaranlıq və soyuq yerdə saxlanılır.

Neytrallaşdırma üçün natrium- hidroksid məhlulu (2 mol/dm^3). 0,01 qram dəqiqliklə çəkilmiş 80 qram natrium-hidroksid tədricən 1 dm^3 distillə suyun oda-davamlı şüşədən hazırlanmış qabda həll edilir. Bu zaman istilik ayrıldığından təhlükəsizlik qaydalarına ciddi riayət etmək lazımdır. Soyuduqdan sonra məhlul ağzı bağlı polietilen qabda saxlanılır.

1 ml/dm^3 kütlə qatılığına malik misin standart məhlulu üzrə hazırlanır.

Dərəcəli qrafikin qurulması. 50 sm³ ölçü kolbasına 0,5; 1; 2; 3; 5; 7; 10 sm³ kütlə qatılığı 1 mkq/dm³ olan işçi mis məhlulu tökülür, kolbadakı məhlulun həcmi distillə suyu ilə 40 sm³-dək çatdırılır, üzərinə 5 sm³ ammoniyak-limon qarışığı, 2 sm³ PAR indiqatoru əlavə edilir və distillə suyu ilə cizgiyə qədər çatdırılır. Hər reaktiv əlavə edildikdə yavaşca qarışdırılır və qaranlıq yerə qoyulur, 15 dəqiqədən sonra hər bir nümunə uducu səthinə qalınlığı 50 mm olan küvetdə 530 nm dalğa uzunluğunda kolorimetrdə ölçülür. Absis oxunda analiz olunan suda misin kütləsi, ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq qrafik qurulur.

Nümunə götürülməsi və analizə hazırlanması. Analiz olunan suyun nümunəsi qurudulmuş təmiz qaba götürülür, analiz olunan su ilə yaxalanır. Nümunənin həcmi onun tərkibində olan misin miqdarının 5-0,5 mkq arasında olmasından asılı olaraq 100 ilə 250 sm³ arasında dəyişir.

Analizin aparılması. Analiz üçün götürülmüş su nümunəsi stəkana tökülür, üzərinə 1 sm³ qatı azot (HNO₃) turşusu əlavə edilir və 20 sm³ həcmə qədər buxarlandırılır. Nümunə soyudulduqdan sonra qatılığı 2 mol/dm³ olan hidrokسيد ilə pH-5-ə qədər neytrallaşdırılır, sonra 50 mol/dm³ ölçü kolbasına köçürülür, stəkan distillə suyu ilə yaxalanır və kolbadakı məhlulun həcmi 40 sm³ çatdırılır. Kolbaya 5 sm³ ammonium-limon qarışığı və 2 sm³ PAR indiqatoru əlavə edilir, məhlulun həcmi cizgiyə qədər çatdırılır. Hər bir reaktiv əlavə edildikdən sonra kolbadakı məhlul yavaşca qarışdırılır. Kolba qaranlıq yerə qoyulur və düz 15 dəqiqədən sonra məhlulun optiki sıxlığı uducu səthin qalınlığı 50 mm olan küvetdə, 530 nm dalğa uzunluğunda ölçülür.

Sınaq təcrübəsi üçün məhlul hazırlayarkən 30 sm³ distillə suyu və 1 sm³ qatı azot turşusu əlavə edilir. Sonra məhlul natrium hidrokسيد ilə neytrallaşdırılır, digər reaktivlər yuxarıdakı qayda ilə əlavə olunur, ancaq buxarlandırma əməliyyatı aparılmır.

Analiz üçün götürülmüş suyun tərkibində misin kütləsi qrafikə əsasən tapılır.

Nəticələrin hesablanması

Analiz olunan suda misin kütlə qatılığını (x) mkq/dm³ aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – analiz üçün götürülmüş suda misin kütləsinin qrafikə əsasən tapılmış qiyməti, mkq;

V – analiz olunan suyun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi 2 paralel təyinin orta riyazi qiyməti götürülür.

5.6.3. Qurğuşun dietilditiokarbamat ilə misin təyini

5.6.3.1. Mahiyyəti və təyinatı

Bu üsul suda misin miqdarı 1 dm³-da 2-dən 6 mkq-a qədər olduqda təyin etmək üçün nəzərdə tutulmuşdur. Misin təyini turş mühitdə (pH-1-2) 4 xlorlu karbondə həll olan qurğuşun dietilditiokarbamat ilə miss ionları arasında gedən əvəzetmə reaksiyasına əsaslanır. Mis dietilditiokarbamat sarı rəngdədir, ancaq qurğuşun dietilditiokarba-mat rəngsizdir. Mis ilə gümüş yerini dəyişəndə karbon xlor 4 sarı rəngə boyanır. Mis dietilditiokarbamat sarı rəngdədir, ancaq qurğuşun dietilditiokarbamat rəngsizdir. Mis ilə gümüş yerini dəyişəndə 4 xlorlu karbon sarı rəngə boyanır. Mis dietilditiokarbamat məhlulunun optiki sıxlığı fotoelektrokolorimetdə ölçülür. 100 sm³ analiz olunan su üçün misin təyin edilmə həssaslığı 2 mkq/dm³, nisbi xəta 25%. Analizin aparılma müddəti 15 dəqiqədir.

5.6.3.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK və ya digər markalar.
- BD tipli bölgülü qıf, həcmi 250; 500 sm³, DÜİST 25336-82.
- Kolbalar, həcmi 100,500, 1000 sm³, DÜİST 2770-74.
- Silindrlər, həcmi 100 sm³, DÜİST 1770-74.
- Pipetkalar, həcmi 5, 10, 25 sm³, DÜİST 20292-74.
- Buret, həcmi 10, 25 sm³, DÜİST 20292-74.
- Buret, həcmi 2 sm³, DÜİST 20292-74.
- Natrium N, N-dietilditiokarbamat, DÜİST 8864-71.
- CuSO₄x 5H₂O, DÜİST 4165-78, 2% məhlul.
- H₂SO₄ turşusu DÜİST 3118-77, sulu məhlul (1:1).
- Dördxlolu karbon, DÜİST 20288-74.
- HCl turşusu 0,1 n məhlul, DÜİST 3118-77.
- Qurğuşun sirkə turşusu, DÜİST 1027-67.
- Filtir kağızı.
- Ammonyak sulu, DÜİST 3760-79, 2%-li məhlul.

5.6.3.3. Reagentlərin hazırlanması

Reagent məhlullarının hazırlanması, nümunə və standart məhlulların hazırlanması zamanı distillə suyundan istifadə edilir.

Kütlə qatılığı 1 mq/dm³ olan standart mis məhlulunun hazırlanması üzrə aparılır.

5.6.3.4. Qurğuşun dietilditiokarbamat məhlulu

Sirkə turşusunun qurğuşun duzundan 0,01 qram xəta ilə 0,1 qram çəkib 50-100 sm³ distillə suyunda həll edilir və üzərinə 0,1 qram 25 sm³ distillə suyunda həll edilmiş qurğuşun dietilditiokarbamat əlavə edilir. Ağ rəngli qurğuşun dietilditiokarbamat əmələ gəlir. Çöküntü ilə birlikdə məhlul bölgülü qıfa keçirilir, üzərinə 250 sm³ dördxlörlü karbon əlavə edilir və çalxalanır. Bu zaman çöküntü dördxlörlü karbondə həll olur. Sulu hissə atılır, ancaq dörd xlörlü karbon 500 sm³ kolbaya filtirdən keçirilir və üzərinə 4 xlörlü karbon cizgiyə qədər əlavə edilir. Reaktiv tünd şüşə qabda 3 ay saxlanıla bilər.

5.6.3.5. Qrafikin qurulması

Qrafik qurulması üçün bölgülü qıfa pipetka ilə 0,2; 0,4; 1; 2; 3; 4; 5; 6 sm³ misin standart işçi məhlulu tökülür. Hər bir hissə standart məhlulla 100 sm³ distillə suyu əlavə edilir və analizin digər əməliyyatları analizin gedişatında olduğu kimi həyata keçirilir. Optiki sıxlıq sınaq təcrübəsinə uyğun olaraq ölçülür. Sınaq təcrübəsi üçün 100 sm³ distillə suyu götürülür və bütün əməliyyatlar analizin gedişində olduğu kimi həyata keçirilir. Sınaq təcrübəsi uyğun standart məhlul ilə eyni zamanda hazırlanır. Ölçmənin nəticələrinə əsasən optiki sıxlığın analiz olunan suyun tərkibindəki misin miqdarından asılıq qrafiki qurulur, bu zaman absis oxunda nümunədə misin (mq) ümumi miqdarı ordinat oxunda isə məhlulların optiki sıxlıqları göstərilir.

5.6.3.6. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması

Nümunə quru və təmiz şüşə qabla götürülür. Qab əvvəldən analiz olunan su ilə yaxalanmalıdır. Analiz üçün götürülən nümunənin hamısı sərf olunur. Analiz təcili aparılır. Belə ki, mis qabın divarları tərəfindən adsorbsiya oluna bilər. Nümunəni saxlamağa icazə ver-

lir: bundan ötəri onun üzərinə 1 dm³ üçün hesabatda xlorid turşusu (1:1) əlavə edilir.

Analizin aparılması

100-250 sm³ analiz olunan su nümunəsi bölgülü qıfa tökülür. Əgər nümunə xlorid turşusu əlavə etməklə konservasiya olunubsa onda 2%-li ammonyak ilə metilnarınciya görə neytrallaşdırılır.

Əgər su turş deyilsə, onda metilnarınciya görə qatılığı 0,1 mol/dm³ olan xlorid turşusu məhlulu ilə neytrallaşdırılır. Bundan sonra tədqiq olunan suya 5 damcı (1:1) nisbətində durulaşdırılmış xlorid turşusu və pipetka ilə 2 sm³ dördxlorlu karbondə həll edilmiş qurğuşun dietilditiokarbamat əlavə edilir. Məhlul bölündükdən sonra dördxlorlu karbon hissəsi uducu səthinin qalınlığı 3 mm olan küvetdə və 430 nm dalğa uzunluğunda fotokolorimetrdə optik sıxlığı ölçülür.

Müqayisə küvetinə - distillə suyu götürülür. Analiz olunan suda misin kütləsi qrafikə əsasən tapılır.

5.6.3.7. Nəticələrin hesablanması

Analiz olunan suda misin kütlə qatılığı (x) mkq/dm³ aşağıdakı formulaya əsasən hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – analiz olunan suda misin qrafikdən tapılmış kütləsi, mkq;

V – analiz olunan suyun həcmi, sm³

5.7. Suda dəmirin fotokolorimetrik üsulla təyini

Dəmirin kolorimetrik o-fenantrolin, sulfasalasil turşusu və ya ekstraksiya-kolorimetrik üsulla təyini zamanı dəmir ammonium rodanitlə rəngli kompleks birləşmə əmələ gətirir.

5.7.1. Dəmirin fenantrolinlə təyini

5.7.1.1. Mahiyyəti və təyinatı Bu üsul suda ümumi dəmirin kütlə qatılığı 20-dən 500 mkq/dm³ qədər olduqda təyin etmək üçün nəzərdə tutulmuşdur. Bu təyin üsulu 2 valentli dəmir ionlarının pH

3÷8 olduqda o-fenantrolinlə qarşılıqlı təsir reaksiyası nəticəsində narıncı-qırmızı rəngli kompleks birləşmə yaranmasına əsaslanır. Üçvalentli dəmir ikivalentli dəmirə hidrosilaminlə reduksiya olunur. Bu üsul nümunədə 2,5 mkg dəmiri təyin etməyə imkan verir. Nisbi xəta 20% -dən yuxarı olmur.

Analizin gedişatı 45 dəqiqədir.

5.7.1.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK və digər markalı.
- Üstü örtülü elektrik qızdırıcısı, DÜİST 306-76.
- Kolbalar, tutumu 50,100,1000 sm³, DÜİST 1770-74.
- Pipet, tutumu 1 sm³, 100 sm³ DÜİST 20292-74.
- Buret, tutumu 10, 25 sm³, bölgüsü 0,05 və 0,1 sm³ DÜİST 20292-74.
- Şüşə stəkanlar B və H tipli, tutumu 100; sm³, DÜİST 25336-82.
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, «k.t.»
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «k.t.» qatı və (1/2H₂SO₄)= 0,1 mol/dm³ (0,1 n) qatılığa malik məhlul.
- Azot turşusu, DÜİST 4461-77, «k.t.»
- Hidrosilamin sulfat, DÜİST 5456-79 «a.ü.t.» 10% məhlul (1 həftə müddətində davamlıdır).
- Konqo-rot indiqator kağızı.
- Natrium persulfat, TŞ 6-09-2869-78, «a.y.t.» və ya ammonium persulfat, DÜİST 20478-75, «a.y.t.»
- Trilon -B, DÜİST 10652-73, «a.y.t.» və ya fiksanol TŞ 6-09-2540-72, (1/2 EDTA) = 0.1 mol/dm³ (0,1n.).
- Sulfosalisil turşusu, DÜİST 4478-78 «a.y.t.», 30 % məhlul və ya natrium sulfosalisil duzu, TŞ 6-09-115-79, «t» doymuş məhlul.
- Mor duzu, DÜİST 4208-72 «k.t.» və ya dəmir ammonium sulfat duzu Fe₂(SO₄)₃ DÜİST 4205-77, «k.t.»

5.7.1.3. Məhlulların hazırlanması. Reaktiv məhlullarını hazırlamaq, nümunə və standart məhlulların durulaşdırılması üçün distillə suyundan istifadə olunur.

5.7.1.3.1. 0,1 %-li orto-fenantrolinin sulu məhlulu. 0,1 qram reaktiv (o-fenantrolin hidroxlorid də götürmək olar) 100 sm³ distillə suda həll edilir. 2-3 damcı qatı xlorid turşusu ilə turşulandırılır.

Məhlul ağzı qapaqlı tünd rəngli şüşə qabda saxlanılır. 1 ay ərzində davamlıdır, soyuqda saxlama müddəti artır.

5.7.1.3.2. Dəmirin kütlə qatılığı 1 mq/dm³ olan standart məhlul. Dəmirin kütlə qatılığı 1 mq/dm³ (1 mkq/sm³) olan standart məhlulu hazırlamaq üçün dəmirin kütlə qatılığı 100 mq/dm³ olan ehtiyat məhlul hazırlanır. Bunun üçün 0,86 qram dəmir-ammonium ölçü kolbasına tökülür, üzərinə 1 sm³ qatı H₂SO₄ turşusu əlavə edilərək həll edilir, sonra ümumi həcmi distillə su ilə 1 dm³ çatdırılıraq qarışdırılır. Ehtiyat məhlulun titri trilonometrik təyin olunur. Kolbaya 100 sm³ ehtiyat məhlul töküüb 80°C-yə qədər qızdırılır, üzərinə 0,2 qram natrium persulfat və ya ammonium persulfat əlavə edilir. Kristallar tam həll olana qədər qarışdırılır. Sonra üzərinə 0,2 sm³ sulfosalisil turşusu və ya natrium sulfosalisilat əlavə edilir və qırmızı çaxır rəngi olan isti məhlul 0,1 mol/dm³ trilon B məhlulu ilə titrlənir. Titrlemə çox yavaş aparılır. Hər damcıda məhlul yaxşıca qarışdırılır. Çəhrayı rəng tam itənə qədər titrləmə aparılır. İki paralel titrləmə aparılır, onlar arasında fərq 0,06 sm³-dən yuxarı olmamalıdır.

Ehtiyat məhlulda dəmirin kütlə qatılığı (M) mq/dm³ aşağıdakı formula əsasən hesablanır.

$$M = \frac{a \cdot c \cdot k \cdot 27.92 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- a* – ehtiyat məhlul nümunəsinin titrləməsinə sərf olunan trilon B məhlulunun bir neçə təyinin orta riyazi qiyməti, sm³
- c* – 1 mol/dm³ trilon B məhlulunun nominal qatılığı;
- k* – 1 mol/dm³ trilon B məhlulunun nominal qatılığına düzəliş əmsali;
- V* – analiz üçün götürülən ehtiyat məhlulun həcmi, sm³; 27,92 - dəmirin ekvivalent kütləsi.

Ehtiyat məhlul tamamilə davamlıdır. Dəmirin kütlə qatılığı 1 mq/dm³ olan kolbaya (1000:M) sm³ işçi məhlul və 10 sm³ 0,1 mol/dm³ sulfat turşusu məhlulu tökülür, kimyəvi duzsuzlaşdırılmış laboratoriya suyu ilə cizgiyə qədər çatdırılır və qarışdırılır. Məhlul yalnız hazırlandığı gün yararlıdır.

5.7.1.4. Qrafikin qurulması. Tutumu 50 sm³ olan kolbalarına 1,2,3,4 və 5 sm³ dəmirin (kütlə qatılığı 1 mq/dm³) standart məhlulları əlavə edilir. Hər bir kolbadakı məhlul distillə suyu ilə 30 sm³-ə çatdı-

rılır. Reaktivlər əlavə edilir və işçi məhlulun anoloji olaraq optiki sıxlığı təyin olunur.

Ölçmənin nəticələrinə əsasən absis oxunda hər kolbada dəmirin mkq-la miqdarları, ordinat oxunda isə reaktivlərə görə aparılan sınaq təcrübəsinin nəticəsi nəzərə alınmaqla uyğun optiki sıxlıqlar qeyd olunaraq qrafik qurulur.

5.7.1.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması.

Nümunə analiz olunan su nümunəsi ilə əvvəlcədən yaxalanmayan quru qaba götürülür. Götürülən nümunənin bütün həcmi analiz üçün istifadə olunur. Nümunənin həcmi dəmirin qatılığından asılıdır. Dəmirin kütlə qatılığı 20 ilə 100 mkq/dm³ arasında olduqda nümunənin həcmi 250 sm³, 100 ilə 200 mkq/dm³ arasında olduqda 100 sm³; 200 ilə 500 mkq/dm³ arasında olduqda 50 sm³ götürülür.

Dəmirin təyininə sianidlər, nitritlər, polifosfatlar mane olur. Turşu ilə tədricən qaynama polifosfatları ortofosfatlara çevirir, hidrroksilamin əlavə edildikdə isə oksidləşdiricilərin maneçiliyi aradan qaldırılır.

Nümunədə xrom və sinkin qatılığı dəmirin qatılığından 10 dəfə çox olduqda, kobalt və misin kütlə qatılığı 5 mq/dm³-dən, nikelin kütlə qatılığı 2 mkq/dm³-dan çox olduqda belə dəmirin təyininə maneçilik törətmir. Suda neft məhsullarının miqdarı 2 mq/dm³ qədər olduqda dəmirin təyininə mane olmur. Bu halda suyu 7.1.5.1. bölməsinə uyğun olaraq analizə hazırlayırlar.

Neft məhsullarının miqdarı 2 mq/dm³-dən yuxarı olduqda nümunənin analizə hazırlanması 7.1.5.2. bölməsinə uyğun aparılır.

5.7.1.5.1. Tərkibində üzvi maddələr olan nümunənin analizə hazırlanması. Nümunə götürülən qabdan nümunənin hamısı kimyəvi stəkana tökülür, üzərinə 5 sm³ qatı xlorid turşusu əlavə edilir və həcmi 10 sm³ qalana qədər ehtiyatla buxarlandırılır.

Sınaq təcrübəsi üçün buxarlanmadan başqa analizin bütün mərhələlərindən keçən distillə sudan istifadə olunur: 50 sm³ həcmə malik ölçü kolbasına 20 sm³ distillə suyu, 5 sm³ xlorid turşusu və yuxarıdakı digər reaktivlər əlavə edilir.

5.7.1.5.2. Tərkibində üzvi maddələr olan nümunənin hazırlanması. Nümunə olan stəkana 3 sm³ qatı sulfat turşusu əlavə edilir və məhlul gur ağ tüstü yaranana qədər buxarlandırılır. Qızdırmanı dayandırmadan stəkana bir neçə damcı qatı azot turşusu daxil

edirlər, bu zaman məhlul şəffaf olur (azot turşusunun əvəzinə kalium nitrat kristallarından da istifadə etmək olar).

Məhlul azot oksidi buxarlarının gur ayrılması dayanana qədər qızdırılır.

Qızdırılma dayandırılır, məhlul soyudulur və stəkanın divarları ehtiyatla distillə suyu ilə yuyulur. Sonra məhlul qaynama temperaturuna qədər yenidən qızdırılır, 3-4 dəqiqə bu temperaturda saxlanılır, sonra məhlul soyudulur.

Paralel olaraq sınaq təcrübəsi üçün məhlul hazırlanır: stəkana 20 sm³ distillə suyu üzərinə 3 sm³ sulfat turşusu əlavə edilir, ağ tüstü alınana qədər buxarlandırılır, azot turşusu əlavə edilir, qızdırılır və yuxarıda göstəriləni kimi soyudulur.

5.7.1.6. Analizin gedişi. Analiz üçün hazırlanmış nümunə stəkandan 50 sm³ tutuma malik ölçü kolbasına tökülür, stəkanın divarları distillə suyu ilə yuyularaq kolbada həcm 30 sm³-a çatdırılır. Üzərinə 1 sm³ hidrosilamin əlavə edilib qarışdırılır, 25 sm³ ortofenantrolin məhlulu əlavə edib yenidən qarışdırılır.

Kolbaya bir parça Konqo-rot indiqator kağıza salınır və məhlul 10%-li və ya 25 %-li ammoniakla kağızın rəngi göy rəngdən təmiz-çəhrayı rəngə keçənə qədər neytrallaşdırılır. Kolbada məhlulun həcmi distillə suyu ilə cizgiyə çatdırılır. 20 dəqiqə sonra rəngli məhlulun optiki sıxlığı uducu təbəqənin qalınlığı 20 və ya 50 mm olan küvetdə 522 nm dalğa uzunluğunda ölçülür. Müqayisə məhlulu distillə suyundan istifadə olunur.

Qrafikdə analiz olunan suyun tərkibində dəmirin mkq-la miqdarı reaktivlərə görə aparılan sınaq təcrübəsini nəzərə almaqla tapılır.

5.7.1.7. Nəticələrin hesablanması. Analiz olunan suda dəmirin kütlə qatılığı mkq/dm³ ilə (x) aşağıdakı düstura əsasən hesablanır.

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – dərəcəli qrafik əsasən tapılmış nümunədə dəmirin kütləsi, mkq;

V – analiz olunan suyun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi, iki paralel təyinin orta riyazi qiyməti götürülür.

5.7.2. Dəmirin sulfosalisil turşusu ilə təyini

5.7.2.1. Təyinatı və mahiyyəti. Bu üsul suda dəmirin miqdarı 20 mkq/dm³ və bundan yuxarı olduqda təyin etmək üçün nəzərdə tutulmuşdur. Üsul pH 8-10 olduqda sarı rəngli dəmir sulfosalisil kompleksinin yaranmasına əsaslanır. Rəngin intensivliyi kolorimetrdə ölçülən 50 sm³ həcmdə dəmirin qatılığının 2,5 mkq olması ilə mütənasibdir.

Dəmirin təyininə suyun tərkibində olan üzvi birləşmələrin ağırlığı təsir edir ki, onların təsiri də nümunə analizə hazırlanan zaman aradan qaldırılır.

Analiz aparılma müddəti - 30 dəqiqədir.

5.7.2.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər.

- Fotoelektrokolorimetr KFK və ya digər marka.
- Üstü örtülü elektrik cihazı, DÜİST 306-76.
- Kolbalar, tutumu 50,100,1000 sm³, DÜİST 1770-74.
- Pipet, tutumu 1,2,5,100 sm³, DÜİST 20292-74.
- Buret, tutumu 5 sm³, bölgüsü 0,02 sm³ DÜİST 20292-74.
- B və A tipli şüşə stəkanlar, həcmi 300 sm³, DÜİST 25336-82.
- Azot turşusu, DÜİST 4461-77, «k.t.»
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, «k.t.»
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «k.t.» qatı və 0,1 n. məhlul.
- Sulfosalisil turşusu, DÜİST 4478-78, 30 %-li məhlul və ya natrium-sulfosalisilat, TŞ 6-09-115-79, «T» doymuş məhlul
- Sulu amonyak DÜİST 3760-79, « a.y.t » 25 %-li və ya 10 %-li məhlul.
- Dəmir ammonium sulfat Fe₂(SO₄)₃, DÜİST 4205-77, «k.t.»
- Trilon-B, DÜİST 10652-73, «a.y.t » və ya fiksanol TŞ 6-09-2540-72, qatılığı 0.1 n. olan məhlul.
- Natrium-persulfat Na₂S₂O₈, TŞ 6-09-2869-78, «a.y.t.» və ya ammonium-persulfat, DÜİST 20478-75. «a.ü.t»

5.7.2.3. Reaktivlərin hazırlanması

Reaktivlərin məhlullarını hazırlamaq, nümunə və standart məhlulların durulaşdırılması üçün distillə suyundan istifadə edirlər.

5.7.2.3.1. Kütlə qatılığı 1 mol/dm^3 olan dəmirin standart məhlulu 5.7.1.3.2. bölməsində göstəriləyi kimi hazırlanır.

5.7.2.4. Dərəcəli qrafikin qurulması. 50 sm^3 həcmə malik ölçü kolbalarına dəmirin kütlə qatılığı 1 mkq/ sm^3 olan standart məhluldan $1,3,5,10,15,20,25 \text{ sm}^3$ tökülür. Məhlulun həcmi distillə suyu ilə 30 sm^3 çatdırılıb, hər birinin üzərinə 2 sm^3 sulfosalisil turşusu əlavə edilir. Sonra üzərinə saralana qədər 5 sm^3 25%-li ammoniyak məhlulu tökülür. Kolbadakı məhllar distillə suyu ilə cizgiyə qədər çatdırılır və analiz ölçülən şəraitdə kolorimetrde kolbalardakı məhlulların optiki sıxlığı ölçülür.

5.7.2.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması. Nümunə analiz olunan su ilə yaxalanmayan quru qaba götürülür. Götürülən nümunənin hamısı analizdə istifadə olunur. Analiz üçün götürülən nümunənin həcmi dəmirin qatılığından asılıdır: qatılıq 20-dən 100 mkq/dm^3 -ə qədər olduqda nümunənin həcmi 250 sm^3 , 100-dən 200 mkq/dm^3 -ə qədər - 100 sm^3 , 200-500 mkq/dm^3 -dək 50 sm^3 olmalıdır.

Neft məhsullarının kütlə qatılığı 2 mq/dm^3 -ə qədər olduqda bu dəmirin təyininə mane olmur. 2 mq-dan çox olduqda neft məhsulları nümunənin qatı sulfat turşusunun iştirakı ilə buxarlandırılması yolu ilə aradan qaldırılır.

5.7.2.6. Analizin aparılması. Qabdakı nümunənin hamısı kimyəvi stəkana tökülür. Qab analiz üçün lazım olan turşu ilə yaxalanıb stəkana tökülür distillə suyu ilə də yaxalanır və həmin stəkana tökülür. Əgər nümunədə üzvi maddələr yoxdursa, onda 5 sm^3 qatı sulfat turşusu əlavə edilir və nümunə $4-6 \text{ sm}^3$ qalana qədər buxarlandırılır.

Əgər analiz olunan suyun tərkibində üzvi maddələr iştirak edirsə, onda analizə 3 sm^3 qatı sulfat turşusu əlavə edilir və məhlul ağ rəngli sıx kükürd anhidridi buxarları alınana qədər buxarlandırılır, qızdırmanı dayandırmadan stəkana 2-3 damcı qatı azot (HNO_3) turşusu və ya bir neçə kalium nitrat (KNO_3) kristalları əlavə edilir, bundan son-ra tünd rəngi şəffaf olur. Bu və ya digər yol ilə hazırlanan nümunənin hamısı 50 sm^3 ölçü kolbasına tökülür, stəkanın divarları distillə suyu ilə yuyularaq kolbaya tökülür. Kolbaya 2 sm^3 sulfosalisil turşusu tökülür, sonra sarımtıl rəng alınana qədər ammoniyakla neytrallaşdırılır. Nümunə xlorid turşusu ilə işləndikdə 5 sm^3 HCl, sulfat turşusu ilə işləndikdə $10-15 \text{ sm}^3$ H_2SO_4 sərf olunur.

Kolbadakı məhlul soyuduqdan sonra o, cizgiyə qədər distillə suyu ilə yavaş-yavaş qarışdırılır və uducu təbəqənin qalınlığı 50 mm olan küvetdə 420 nm dalğa uzunluğunda fotokolorimetrdə ölçülür. Müqayisə məhlulu distillə suyundan istifadə olunur.

Analiz olunan nümunə ilə bərabər sınaq təcrübə üçün də məhlul hazırlanır. 20 sm³ distillə suyu götürülür bütün yuxarıdakı reaktivlər əlavə edilir. Sınaq təcrübəsi üçün hazırlanan məhlulun optiki sıxlığı işçi məhlulun optiki sıxlığından çıxılır.

Dərəcəli qrafikdən dəmirin nümunədə kütləsi, mkq-la təyin edilir.

5.7.2.7. Nəticələrin hesablanması. Analiz olunan suda dəmirin kütlə qatılığı (x) mkq/dm³ aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- a* – sınaq təcrübəsini nəzərə almaqla dəmirin su nümunəsində dərəcəli qrafikdən mkq-la tapılmış kütləsi;
V – analiz olunan su-yun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi iki paralel təyinin orta riyazi qiyməti götürülür.

5.7.3. Dəmirin ammonium rodanit ilə təyini

5.7.3.1. Mahiyyəti və təyinatı. Bu üsul suda dəmirin kütlə qatılığı 15-dən 500 mkq/dm³ qədər olduqda təyin etmək üçün nəzərdə tutulmuşdur.

Üsul turş mühitdə dəmirin ammonium rodanit ilə qarşılıqlı təsirinə, əmələ gələn dəmir rodanid kompleksinin izoamil spirti ilə ekstraksiya və bu ekstraktın optik sıxlığının fotokolorimetrdə ölçülməsinə əsaslanır.

Bu metod nümunədə 3 mkq dəmiri təyin etməyə imkan verir. Analizin müddəti 40-45 dəqiqədir.

5.7.3.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK və ya digər marka
- VD tipli bölgülü qıf, tutumu 500 sm³, DÜİST 25336-82.
- Kolbalar, tutumu 25,100,1000 sm³, DÜİST 1770-74.
- Pipet, tutumu 1, 5, 10, 100 sm³, DÜİST 20292-74.

- Kn tipli konusvari kolba, tutumu 500 sm³, DÜİST 25336-82.
- İzoamil spirti DÜİST 5830-70, «a.ü.t.»
- Ammonium-rodanid, CT CEB 222-75, «k.t.» 25%-li məhlul.
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «k.t.» məhlulun qatılığı 0,1 n.
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, «k.t.»
- Susuz natrium sulfat, DÜİST 4166-76 «k.t.»
- Dəmir ammonium sulfat, DÜİST 4205-77, «k.t.»

5.7.3.3. Reagentlərin hazırlanması. Reagent məhlullarını hazırlamaq üçün, nümunə və standart məhlulları durulaşdırmaq üçün distillə suyundan istifadə olunur.

5.7.3.3.1. Dəmirin kütlə qatılığı: 1 mq/dm³ olan standart məhlul 7.1.3.2. bölməsinə görə hazırlanır.

5.7.3.3.2. Ammonium rodanid məhlulu: 25 qram ammonium rodanid 75 sm³ distillə suyunda həll edilir.

5.7.3.4. Dərəcəli grafikin qurulması. Bir neçə bölgü qfın hərəsinə 100 sm³ distillə suyu tökülür və üzərinə 2, 3, 5, 7, 10, 15 sm³ dəmir ionlarının kütlə qatılığı 1 mkq/sm³ olan standart məhlullar əlavə edilir. 3,3 sm³ qatı xlorid turşusu, 10 sm³ ammonium rodanid əlavə edilir və hissə-hissə 10 sm³ izoamil spirti ilə 2 dəfə ekstraksiya olunur. Spirt ekstraktları 25 sm³ ölçü kolbalarına yığılır, üzərinə 0,1 qram natrium sulfat əlavə edilir, qarışdırılır və 5 dəqiqədən sonra təcrübə aparılan şəraitdə optiki sıxlığı ölçülür.

Ölçmənin nəticələrinə əsasən dərəcəli grafik qurulur. Bu zaman absis oxunda hər qfıda olan dəmirin mkq-la miqdarı, ordinat oxunda isə reaktivlərə görə aparılan sınaq təcrübəsini nəzərə almaqla uyğun optiki sıxlıqlar göstərilir.

5.7.3.5. Nümunə götürülməsi və analizə hazırlanması. Nümunə quru qaba götürülür. Qab analiz olunan su ilə yaxalanmır. Analiz üçün götürülən nümunənin bütün həcmi istifadə olunur.

Nümunənin həcmi dəmirin mümkün olan kütlə qatılığından asılıdır. 15-100 mkq/dm³ nümunənin həcmi 250 sm³, 100-200 mkq/dm³ - 100 sm³, 200-dən 500 mkq/dm³ - 50 sm³.

5.7.3.6. Analizin aparılması. Nümunə götürülən qabdakı nümunənin hamısı ölçü qfına tökülür. Nümunə xlorid turşusu ilə

turşulaşdırılır, üzərinə pipetka ilə ammonium rodanid və 10 sm³ izoamil spirti əlavə edilir. Əlavə edilən xlorid turşusunun və ammonium rodanidin miqdarı o qədər olmalıdır ki, onların son qatılığı 0,4 M və 0,3 M olsun. Analiz olunan suyun həcmi və əlavə edilən reaktivlərin miqdarı cədvəl 5.6-ya əsasən götürülür.

Cədvəl 5.6.

Sıra №	Nümunədə dəmirin kütlə qatılığı mkq/dm ³	Analiz olunan suyun həcmi sm ³	Tökülən reaktivlərin miqdarı, sm ³	
			Qatı xlorid turşusu	25%-li ammonium rodanid məhlulu
1.	15-20	250	8.25	25
2.	100-200	100	3.3	10
3.	200-500	50	1.65	5

Qıfdakı məhlul 2-3 dəqiqə çalxalanır və təbəqələrə ayrılması üçün 10 dəqiqə saxlanılır. Aşağı sulu təbəqə təmiz konusvari kolbaya və ya digər bölgülü qıfa boşaldılır və 10 sm³ izoamil spirti ilə təkrar ekstraksiya aparılır. Spirt ekstraktı 25 sm³ ölçü kolbasına yığılır, cizgiyə qədər izoamil spirti ilə doldurulur və kolbaya su damcılarını ayırmaq üçün 0,1 qram natrium sulfat əlavə edilir. Kolbadakı məhlulu qarışdırır və 5 dəqiqə sonra optiki sıxlığı uducu təbəqənin qalınlığı 50 mm olan küvetdə 485 nm dalğa uzunluğunda ölçülür. Müqayisə məhlulu kimi distillə suyu götürülür. Sınaq təcrübəsini yerinə yetirmək üçün 100 sm³ distillə suyu götürülür və analizin bütün mərhələlərindən keçirilir. Dərəcəli qrafikdən sınaq təcrübəsini nəzərə almaqla analiz olunan suda dəmirin mkq-la miqdarı təyin olunur.

5.7.3.7. Nəticələrin hesablanması. Analiz olunan suda dəmirin kütlə qatılığı (x) mkq/dm³ aşağıdakı düstur üzrə tapılır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a - analiz olunan suda dəmirin lərəcəli qrafikindən tapılmış miqdarı, mkq;

V - analiz olunan suyun həcmi.

5.8. Suda fosfatların fotokolorimetrik üsulu ilə təyini üzrə metodika

5.8.1. Mahiyyəti və təyinatı

Bu üsul fosfat ionlarının miqdarı 1 dm^3 100 mq-dan 5 mq-a qədər olduqda onları təyin etmək üçün nəzərdə tutulmuşdur. Bu üsul ortofosfatların molibdat ammonium ilə qarşılıqlı təsirinə əsaslanmışdır. Mühitin turşuluğunu təyin etdikdə sarı rəngdə fosfor molibden heteropoliturşu kompleksi alınır ki, o da göy rəngdə olan birləşməyə qədər reduksiya olunur və bu rəngin intensivliyinə görə fosfatın miqdarı kolorimetrdə təyin olunur. Reduksiyaedici kimi metabisulfat kalium ilə metol qarışığı, natrium sulfat ilə metol qarışığı və ya qurğuşun xloridin qliserində məhlulundan istifadə olunur. Silisium turşusunun suda qatılığı $3,5 \text{ mq/dm}^3$ olduqda o fosfatın təyininə mane olmur.

5.8.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- İstənilən markalı fotokolorimetr.
- Üstü örtülü elektrik qızdırıcısı, DÜİST 306-76 .
- Su hamamı
- Kolbalar, tutumu $50, 100, 1000 \text{ sm}^3$, DÜİST 1770-74.
- Pipet, tutumu $1, 2, 3, 5 \text{ sm}^3$, DÜİST 20292-74.
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «k.t»
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, «k.t»
- Ammonium-molibdat, DÜİST 3765-78, «k.t»
- Limon turşusu, DÜİST 3652-69, «k.t.» 10% məhlul.
- Metol (N-metil - P- amipofenolsulfat), TU6-17-559-73 marka A
- Piro kalium sulfit, DÜİST 5713-75 «a.y.t.»
- Natrium- sulfit, DÜİST 197-77 «a.y.t.»
- 2 xlorlu qurğuşun, DÜİST 36-78 «a.y.t.»
- Qliserin, DÜİST 6259-75, «k.t»

5.8.3. Reagentlərin hazırlanması

Məhlulların hazırlanması zamanı distillə suyundan istifadə olunur.

5.8.3.1 Fosfat ionlarının kütlə qatılığı 10 mq/dm^3 olan kalium-fosfatın standart məhlulu. Fosfat ionlarının kütlə qatılığı 100 mq/dm^3 olan ehtiyat məhluldan hazırlanır. Bunun üçün 0.1432 qram , 0.0002

qram dəqiqliklə kalium-fosfat çəkilərək distillə suyunda 1 dm^3 ölçü kolbasında həll edilir və su ilə cizgiyə çatdırılır, yavaşca qarışdırılır. İşçi standart məhlul ehtiyat məhlulu 10 dəfə durulaşdırmaqla hazırlanır. Məhlul hazırlanan gün yararlıdır.

Ammonium-molibdat məhlulu. 500 sm^3 distillə suyu soyudularaq üzərinə qarışdıraraq-qarışdıraraq hissə-hissə $25,0\text{ sm}^3$ qatı sulfat turşusu əlavə edirik. Məhlul otaq temperaturuna qədər soyudulur, həmən məhlulda 50 qram ammonium molibdat həll edilir və ümumi həcm distillə suyu ilə 1 dm^3 -ə çatdırılır. Məhlulun saxlama müddəti bir aydır.

Reduksiyaedici məhlul. Analiz üçün aşağıda göstərilən reduksiyaedici məhlullardan istifadə olunur.

Metol ilə kalium sulfit (metabisulfid) qarışığı. 20 qram metol və 120 qram kalium sulfit 300 sm^3 distillə suyunda 40°C temperaturda həll edilir. Məhlul 1 dm^3 tutuma malik ölçü kolbasına filtirlənir, distillə suyu ilə cizgiyə qədər doldurulur və qarışdırılır. Məhlulun saxlanma müddəti 2 həftədir.

Natrium sulfitin temol ilə qarışığı. $400\text{--}500\text{ sm}^3$ distillə suyu 40°C -yə qədər qızdırılır və 10 qram natrium sulfit bu suda həll edilir. Alınmış məhlula 2-3 dəfəyə 20 qram metol və sonra 50 qram natrium sulfit əlavə edilir. Məhlul filtirlənir və distillə suyu ilə 1 dm^3 həcmə çatana qədər durulaşdırılır. Məhlulun saxlanma müddəti 2 həftədir.

Qurğuşun xlorid məhlulu. 1 qram qurğuşun xlorid 100 sm^3 qliserində qaynar su hamamında həll edilir. Qurğuşun xlorid şüşə cubuqla qarışdırılır. Əgər məhlul bulanıqdırsa filtirlənir.

5.8.4. Dərəcəli qrafikin qurulması

50 sm^3 -lik ölçü kolbalarına 1, 2, 5, 10, 20 sm^3 1 dm^3 -da fosfat ionlarının kütlə qatılığı 10 mq olan kalium fosfat standart məhlulu tökülür. Hər kolbadakı məhlulun həcmi distillə suyu ilə 40 sm^3 çatdırılır. Məhlul qarışdırılır, reaktivlər işçi nümunədə olduğu kimi əlavə edilir və kolorimetrdə analizin gedişatında olduğu kimi ölçülür. Ölçmənin nəticələrinə əsasən qrafik qurulur, absis oxunda hər bir nümunədə (mq) fosfat ionlarının kütləsi, ordinat oxunda isə sınaq təcrübəsini nəzərə alaraq cihazın göstəricisi qeyd olunur.

5.8.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması

Nümunə təmiz yuyulmuş quru qabla götürülür. Analiz nümunə götürülən kimi aparılır: əgər 1 dm³ nümunəyə 2-4 sm³ xloroform əlavə edilərsə, nümunəni 1 gün ərzində analiz etmək olar. Nümunəni turşudap saxlamaq olmaz.

5.8.6. Analizin aparılması

İstifadə olunan reduksiyaediciyə asılı olaraq suda həll olan fosfatları təyin etmək üçün iki üsuldən istifadə edilir.

5.8.6.1. *Metol ilə sulfid və ya bisulfid qarışığından istifadə edərəkən aparılan analiz.* 40 sm³ həcmdə olan su 50 sm³ ölçü kolbasına tökülür. Əgər nümunənin həcmi 40 sm³-dən azdırsa, onda nümunənin həcmi distillə suyu ilə 40 sm³-a çatdırılır. Nümunə ilə birlikdə kolba su hamamında 40-60°C temperaturada qızdırılır, üzərinə 0,5 sm³ limon turşusu və 2 sm³ reduksiyaedici məhlul əlavə edilir, sonra yenə qarışdırılır, 10 dəqiqədən sonra məhlul cizgiyə qədər çatdırılır, qarışdırılır və rəngli məhlulların optiki sıxlığı uducu təbəqənin qalınlığı 50 mm olan küvetdə 597 nm dalğa uzunluğunda ölçülür, bu zaman müqayisə məhlulu kimi sınaq təcrübəsinin məhlulu götürülür (hazırlanması üçün 40 sm³ suyun üzərinə bütün reaktivlər əlavə edilmiş məhlul). Dərəcəli qrafikdəki əyridən sınaq təcrübəsi nəzərə alınmaqla fosfat-ionlarının kütləsi, mq-la tapılır.

5.8.6.2. *Qurğuşun xloridin iştirakı ilə aparılan analiz.* 40 sm³ analiz olunan məhlul 50 sm³ ölçü kolbasına tökülür, üzərinə 3 sm³ ammonium molibdat, 0,5 sm³ qurğuşun 2-xlorid tökülür və cizgiyə qədər distillə suyu əlavə edilir, qarışdırılır, 5 dəqiqə saxlanılır və fotokolorimetrdə uducu təbəqənin qalınlığı 20 mm olan küvetdə, 597 nm dalğa uzunluğunda optiki sıxlığı ölçülür. Reaktivlərə görə sınaq təcrübəsinə nəzərə alaraq nümunədə fosfat ionlarının kütləsi dərəcəli qrafikdən tapılır.

5.8.7. Nəticələrin hesablanması

Analiz olunan suda (X₁) fosfat-ionlarının kütlə miqdarı mq/dm³ aşağıdakı düstura əsasən hesablanır:

$$X_1 = \frac{a_1 \cdot 1000}{V_1}$$

Burada:

a₁ – nümunədə fosfat ionlarının dərəcəli qrafikdən tapılmış

V_1 – miqdarı, mq;
– götürülən nümunənin miqdarı, sm³.

Analizin nəticəsi kimi, iki paralel təyinin orta riyazi qiyməti götürülür.

5.9. Həll olmayan fosfat çöküntüsü iştirak edən suda fosfatların təyini

Su nümunəsində həll olan ortofosfatlarla yanaşı fosfat çöküntüsü də olur ki, bu da analiz prosesində turş mühitdə məhlulə keçir və analizin nəticəsini artırır. Şlamin təsiri nəzərə alınaraq onun tərkibində olan kalsium təyin olunur.

150-200 sm³ analiz olunan su 2 sm³ qatı xlorid turşusu (HCl) ilə turşulaşdırılır və qaynayana qədər qızdırılır. Əgər çöküntü yaranarsa, onda isti məhlul filtirlənir və soyuduqdan sonra məhlul 2 hissəyə ayrılır: bir hissəsi codluğun trilonometrik təyini üçün (kolba 1), ikincisi ümumi fosfatların tərkibinin təyini (kolba 2) üçün. Fosfatların təyini üsulu ilə aparılır.

5.9.1. Nəticələrin hesablanması

Analiz olunan suda fosfat ionlarının kütlə qatılığı (X_2) mq/dm³ aşağıdakı düstur ilə hesablanır:

$$X_2 = X_{ym} - 28,5 \cdot cod = \frac{a_2 \cdot 1000}{V_2} - 28,5 \cdot cod$$

Burada:

- a_2 – nümunədə olan fosfat ionlarının kütləsi (kolba 2), mk;
- V_2 – fosfat çöküntüsündə həll olmuş fosfatların miqdarını təyin etmək üçün götürülmüş analiz nümunəsinin həcmi, (kolba 2), sm³;
- Cod – turşu ilə işlədikdən sonra analiz edilən suyun codluğu (kolba 1) mq-ekv/dm³;
- 28,5 – şlamda codluq və fosfat ionlarının tərkibi arasındakı nisbəti müəyyən edən sabit.

Analizin nəticəsi kimi, iki paralel təyinin orta riyazi qiyməti götürülür.

5.10. Suda hidrazinin fotokolorimetrik üsulla təyini üzrə metodika

5.10.1. Mahiyyəti və təyinatı

Bu üsul turş mühitdə hidrazinin paradimetilaminobenzaldehydlə (PABA) qarşılıqlı təsiri nəticəsində əmələ gələn sarı-çəhrayı rəngli birləşmənin kolorimetrik təyininə əsaslanır. Bu reaktivlə hidrazinin qarşılıqlı təsiri nəticəsində bir sıra üzvi maddələr, nitritlər və digər oksidləşdiricilər alınır ki, onları da analiz zamanı nəzərə almaq lazımdır. Hidrazinin təyin olunma həddi 5 mkq/dm^3 -dur. Analizin getmə müddəti 20-30 dəqiqədir.

5.10.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotokolorimetr, KFK və ya digər markalar.
- Kolbalar, tutumu 50, 1000 sm^3 , DÜİST 1770-74.
- Pipetlər, tutumu 5, 10, 20, 100 sm^3 , DÜİST 20292-74.
- Silindrlər, tutumu 100, 1000 sm^3 , DÜİST 1770-74.
- Kn tipli konusvarı kolba, tutumu 250 sm^3 DÜİST 25336-82.
- Paradimetilaminobenzaldehyd TŞ 6-09-3272-77. «t»
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «k.t» qatı və ya qatılıqları (1 n, 0,1 n, u, 0,1 n).
- Natrium-azid, kristallik.
- Metallik yod, DÜİST 4159-64, «a.ü.t.» və ya fiksanal, TŞ 6-09-2540-72, məhlul 0,01; 0,1 n.
- Natrium-tiosulfat, fiksanal, TŞ 6-09-2540-72 qatılığı ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) - 0,01 mol/dm^3 (0,01n)
- Həll edilmiş nişasta, DÜİST 10163-76, «t» 1% məhlul.
- Susuz natrium-sulfit, DÜİST 195-77 və ya natrium sulfit kristal şəklində (7 molekula su). $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. DÜİST 429-76, «a.ü.t» 0,1 n qatılığa malik məhlul.
- Natrium-hidroksid, DÜİST 4328-77, «k.t» 1 n qatılıqlı məhlul.
- Hidrazin-sulfit, DÜİST 5841-74, «a.ü.t» və ya hidrazin-xlorid (dihidroxlid), DÜİST 22159-76, «a.ü.t.»
- Metil-qırmızı indiqatoru. DÜİST 5853-51
- Metilen-mavi indiqatoru MRTU 6-09-6045-69 «a.y.t.»
- Etil spirti, DÜİST 18300-72.

5.10.3. Reagentlərin hazırlanması

Reaktiv məhlullarını hazırlamaq, nümunə və standart məhlullar durulaşdırmaq üçün distillə suyundan istifadə olunur.

5.10.3.1. Paradimetilaminbenzaldehyd (PABA) məhlulu. 700 sm³ distillə suyuna ehtiyatla 100 qram qatı sulfat turşusu, sonra isə 15 qram PABA əlavə edilir. Həll edildikdən sonra həcm 1 dm³-a çatdırılır və yaxşıca qarışdırılır. Qaranlıq yerdə və ağız kip bağlı qabda məhlul 1 ay müddətinə davamlıdır.

5.10.3.2. Qarıışıq indikator. Eyni həcmdə götürülmüş 0.2%-li metil-qırmızının spirtdə və 0.1%-li metilen mavinin spirtdə məhlullarının qarışığı.

5.10.3.3. Hidrazinin kütlə qatılığı 1 mq/dm³ olan standart məhlul. Hidrazinin standart məhlulu ehtiyat məhluldan hazırlanır. Bunun üçün 0.406 qram hidrazin-sulfat və ya 0.328 qram hidrazin-xlorid 1 dm³ tutuma malik ölçü kolbasında distillə suyunda həll edilir. Məhlulun həcmi cizgiyə qədər çatdırılır və qarışdırılır.

Hidrazinin bu məhlulda kütlə qatılığı 100 mq/dm³-dir. Hidrazin havada oksidləşdiyindən məhlul davamlı deyil, ona görə də hər istifadədən əvvəl onun titri təyin edilir. Bunun üçün ağız kip bağlı konusvari kolbaya 10 sm³ ehtiyat məhlulu tökülür, distillə suyu ilə məhlulun həcmi 100 sm³ çatdırılır, üzərinə 5 sm³ 1 mol/dm³ qatılığa malik natrium hidroksid qələvisi və dəqiq 20 sm³ 0.01 mol/dm³ qatılığa malik yod məhlulu əlavə edilir. Kolbanın ağız tıxac ilə bağlanır, çalxalanır və 3 dəqiqə qaranlıq yerdə saxlanılır. Sonra üzərinə 10 sm³ qatılığı 1 mol/dm³ olan turşu əlavə edilir və ayrılan yod 0.01 mol/dm³ natrium-tiosulfat məhlulu ilə titrlənir, titrləmənin axırında 1 sm³ nişasta məhlulu əlavə edilir. Titrləmə ehtiyatla aparılır. Hər natrium tiosulfat məhlulunun damcısında titrlənən məhlul rəng itənə qədər intensiv qarışdırılır.

Paralel olaraq 100 sm³ su götürülür üzərinə 20 sm³ yod məhlulu və analizdə olduğu kimi digər reaktivlər əlavə edilir və titrlənir.

Titri təyin etmək üçün 3 paralel analiz aparılır. Hidrazinin ehtiyat məhlulda kütlə qatılığı (M), mkq/dm³ aşağıdakı düstura əsasən hesablanır.

$$M = \frac{(a_1 - a_2) \cdot c \cdot k \cdot 8 \cdot 1000}{V} = \frac{(a_1 - a_2) \cdot 0.01 \cdot k \cdot 8 \cdot 1000}{10} = 8 \cdot k(a_1 - a_2)$$

- a_1 – götürülmüş yodun titrlənməsinə sərf olunan $0,01 \text{ mol/dm}^3$ kütlə qatılığına malik tiosulfat məhlulunun həcmi, sm^3 ;
- a_2 – hidrazinin ehtiyat məhlulunda olan qalıq yodun titrlənməsinə sərf olunan $0,01 \text{ mol/dm}^3$ natrium-tiosulfat məhlulunun həcmi, sm^3 ;
- c – tiosulfat məhlulunun nominal qatılığı, mol/dm^3 ;
- k – natrium-tiosulfat məhlulunun nominal qatılığına düzəliş əmsali;
- δ – yod ilə gedən reaksiyada hidrazinin ekvivalent kütləsi;
- V – titr təyin olunması üçün götürülən ehtiyat məhlulunun həcmi, sm^3

Tərkibində 1 mq/dm^3 hidrazin olan standart məhlul 1 dm^3 həcmə malik ölçü kolbasında hazırlanır. Bunun üçün 10 ml ehtiyat məhlul kolbaya tökülür və cizgiyə qədər durulaşdırılır. Standart məhlul yalnız hazırladığı gün yararlıdır.

5.10.4. Dərəcəli qrafikin qurulması

50 sm^3 ölçü kolbalarına $1,2,3,5$ və 10 sm^3 təzə hazırlanmış hidrazinin kütlə qatılığı 1 mq/dm^3 olan standart məhluldan tökülür. Kolbadakı məhlulların həcmi distillə suyu ilə 30 sm^3 çatdırılır: digər bir təmiz 50 sm^3 tutuma malik kolbaya 30 sm^3 kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu tökülür.

Kolbaların hər birinə 10 sm^3 PABA əlavə olunur, sonra isə cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Yaxşıca qarışdırılır və 2 dəqiqədən sonra işçi su nümunələri analiz olunduğu şəraitdə kolorimetrdə optiki sıxlıqları ölçülür. Sınaq təcrübəsi üçün distillə suyu ilə PABA məhlulu götürülür, müqayisə küvetinə isə distillə suyu tökülür.

Ölçmənin nəticələrinə görə qrafik qurulur, absis oxunda nümunədə hidrazinin miqdarı (mq) ordinat oxunda isə uyğun optiki sıxlıqlar götürülür.

5.10.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması

Nümunə təmiz yuyulmuş qaba götürülür, hidrazinin havada oksidləşməsinin qarşısını almaq üçün qabın ağzı tıxacla möhkəm bağlanmalıdır. Analiz təcili aparılır.

5.10.6. Analizin aparılması

Analizin gedişatı analiz olunan suda hidrazinin miqdarının təyininə mane olan digər maddələrin miqdarından asılıdır.

5.10.6.1. PABA ilə qarşılıqlı təsirdə olaraq müxtəlif rəngli birləşmələr əmələ gətirən maddələr analiz olunan suyun tərkibində olmayanda 50 sm^3 tutuma malik ölçü kolbasına 30 sm^3 -dən çox olmayaraq (götürülən nümunədə hidrazinin miqdarı 10 mkq -dan çox olmamalıdır) standart məhlul əlavə edilir. Distillə suyu ilə məhlulun ümumi həcmi 30 sm^3 -ə çatdırılır, üzərinə 10 sm^3 PABA məhlulu əlavə edilir. Distillə suyu ilə cizgiyə qədər çatdırılır. Kolbadakı məhlul qarışdırılır və 2 dəqiqədən sonra rəngli məhlulun optiki sıxlığı uducu təbəqə qalınlığı 50 mm olan küvetdə 410 nm dalğa uzunluğunda kolorimetrdə ölçülür. Müqayisə küvetində PABA məhlulu ilə distillə suyu götürülür.

5.10.6.2. Əgər analiz olunan suda maneçilik törədən maddələrdən təkcə nitritlər (nümunədə Qriss reaktivi ilə təyin olunur) iştirak edirsə, onda nümunəyə onları kənarlaşdırmaq üçün bir neçə natrium-azid kristalı əlavə edilir. Məhlul qarışdırılır və sonra analiz aparılır.

5.10.6.3. Analiz olunan suda hidrazindən başqa PABA ilə qarşılıqlı təsire girə biləcək digər maddələr iştirak etdikdə, analiz üçün iki eyni nümunə götürülür (30 sm^3 çox olmayaraq). Hər iki nümunəyə az miqdarda natrium kristalı əlavə olunur və suyun qələviliyi turşu ilə neytrallaşdırılır. Qələvilik ayrıca götürülmüş su nümunəsində qarışıq indiqaatorla təyin olunur, ancaq nümunənin həcminə uyğun olaraq $0,1$ və ya $0,01 \text{ mol/dm}^3$ turşu məhlulu indiqaatorsuz əlavə edilir. Maneçilik törədən qarışıqların təsirini nəzərə almaq üçün birinci nümunəyə damcı ilə $0,1 \text{ mol/dm}^3$ yod məhlulu məhlulun rəngi açıq sarı olana qədər tökülür.

Məhlul qarışdırılaraq, 2 dəqiqədən sonra damcı ilə üzərinə $0,1 \text{ mol/dm}^3$ natrium-sulfat məhlulu tökülür (məhlulun rəngi birinci nümunənin rəngi ilə müqayisə olunur).

Natrium-sulfitin az miqdarda artıqlığı (1-2 damcı artıq) analizin yerinə yetirilməsinə maneçilik göstərmir, nəzərə cərpacaq dərəcədə artıqlıq isə arzu olunmazdır. Yod əlavə etdikdə birinci nümunədə hidrazini parçalayır, analizə mane olan qarışıqlar isə qalır. Hər iki nümunənin həcmi kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu ilə 30 sm^3 -ə çatdırılır və hər ikisinə 10 sm^3 PABA məhlulu əlavə edilir: cizgiyə qədər kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu ilə doldurulur, qarışdırılır və 2 dəqiqədən sonra ikinci nümunə kolorimetrdə ölçülür. Müqayisə məhlulu kimi tərkibinə yod əlavə edilmiş birinci nümunədən istifadə edilir. Hesabat 5.10.6.4. bölmə-

sində göstərilədiyi kimi aparılır. Nümunədə hidrazinin kütləsi qrafikdən tapılır.

5.10.6.4. Nəticələrin hesablanması. Analiz olunan suda hidrazinin kütlə qatılığı (x) mq/dm³ aşağıdakı düstur üzrə hesablanır.

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

burada

a - analiz olunan suda hidrazinin kütləsi, mq;

V - analiz olunan suyun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel aparılan analizin nəticəsinin orta riyazi qiyməti götürülür.

5.11. Distillə suyunun alınması üzrə metodika

5.11.1. İlk suyun seçilməsi

Suyun təmizlənməsi xüsusi laboratoriya qurğusunda aparılır. İlk su kimi distillə olunmuş su və ya turbindən əvvəl (əgər buxar su qarışığına üzvi aminlər daxil edilməyibsə) götürülmüş qızmış buxar kondensatı götürülə bilər. Bu halda əvvəl götürülmüş yüksək təzyiqli buxarın kondensatından da istifadə etmək olar.

Distillə suyu və buxar kondensatının tərkibində çox cüzi qatılıqda da olsa dəmir oksid, mis, natrium və qələvi torpaq metalların birləşmələri, silikat turşusu, xloridlər, sulfatlar, ammonyak, hərdən azot oksidi, hidrogen, sulfat, sulfidlər, həmçinin üzvi birləşmələr, neft məhsullarının izləri, ionitlərin parçalanma məhsulları, təbii sularda uçucu üzvi birləşmələri və s.

Distillə suyunda duzların kütlə qatılığının cəmi adətən 100-150 mq/dm³, misin miqdarı isə 50 mq/dm³ təşkil edir. Metal distillatordan alınmış suda silisium turşularının miqdarı adətən silisium oksidə görə hesabatda 10 mq/dm³-dan yuxarı olmur.

Əgər buxar götürülən qurğu paslanmayan poladdan hazırlanıbsa onda buxar kondensatında dəmirin kütlə qatılığı adətən 20-30 mq/dm³-dan yuxarı qalxmır, silisium turşuları və duzlarını cəmi bir qayda olaraq 50 mq/dm³-da çox olmur.

5.11.2. Suyun təmizlənməsinin laboratoriya qurğusunun sxemi

Qurğunun sxemi suda asılıqan halında olan hissəcikləri təmizləmək üçün sellüloz filtirlərdən: üzvi maddələri udan BAU markalı aktiv kömürlə doldurulmuş filtirdən, I və II pilləyə uyğun olan H-kationit filtirləri, anionit filtri və qarışıq hərəkət filtirlərdən ibarətdir.

İlkin su filtirlərin üzərində 2-3 m məsafədə qarışdırılmış iri həcmli qabdan qurğuya verilir. Qurğunun bütün filtirləri öz aralarında ələ birləşiblər ki, hər hansı bir filtr filtirləyici materialın regenerasiya edilməsi və ya dəyişdirilməsi üçün qurğudan kənarlaşdırıla və yenidən qoşula bilər.

BAU markalı aktiv kömürlə doldurulmuş filtr o zaman işə qoşulur ki, analiz üçün istifadə olunan təmizlənmiş suyun tərkibində olan üzvi maddələrin analizinin nəticəsinə maneçilik göstərməsi metodikada göstərsin.

5.11.3. Cihazlar

- Laboratoriya sellüloz filtri
- Laboratoriya ionit filtri - 4 ədəd
- BAU markalı aktivləşmiş kömür, A növü (dənələrinin ölçüsü 2,0 - 0,5 mm).
- Hidroskopik pambıq 1 növ.
- Kationit KU -2-8, DÜİST 20298-71
- Anionit AB-17-8, DÜİST 20301-74.
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, «k.t.» qatı və 5-7%-li məhlul.
- Natrium-hidroksid, DÜİST 4238-86, «k.t.», 5%-li məhlul.
- Metil-narınçı indikatoru, DÜİST 10816-64, 0,1 %-li məhlul.

5.11.4. Aktiv kömürün hazırlanması

Filtirə doldurmazdan əvvəl aktivləşmiş kömür qatı xlorid turşusu ilə yuyulur. Bunun üçün aktivləşmiş kömür tutumu 3 dm³ olan kolbaya yerləşdirilir, üzərinə 2 dm³ turşu tökülür, 70-80°C qədər qızdırılır və kolba qaynayan su hamamına yerləşdirilir, tez-tez qarışdırılaraq 5-6 saat su hamamında saxlanılır. Bundan sonra turşu kömürün üzərindən ayrı qaba tökülür, kömür bir neçə dəfə distillə suyu ilə və ya buxar kondensatı ilə yuyularaq filtirə doldurulur.

Filtirə hava düşməməkdən ötrü filtr materialı aşağıdakı qayda ilə doldurulur. Filtirin tıxacı burulur. Aşağı çıxış ştuserinə təmiz yuyulmuş tıxaclı rezin boru geydirilir. Bu borudan filtr aşağıdan

distillə suyu və ya buxar kondensatı ilə doldurulur, ancaq nəzarət etmək lazımdır ki, qurğuda hava qabarcıqları qalmasın.

Filtirin doldurulması qanunauyğunluğu qurğunun filtrlərinə aiddir. Nəm filtrləyici material filtirə doldurulur, periodik olaraq filtirin aşağı hissəsindəki çıxış ştuserindən su verilir ki, material həmişə suyun içərisində qalsın. Aktivləşmiş kömürün hündürlüyü 800 mm olmalıdır ki, bu da $1,5 \text{ dm}^3$ həcmə uyğundur. Filtirdə kömür sürəti 5 m/saat olan ilkin su ilə turşulardan (suyun sərfi $10 \text{ dm}^3/\text{saat}$) metilnarıncı ilə neytral reaksiya olunana qədər yuyulur, bundan sonra filtr işə hazırdır.

Filtirləyici materiala hava düşməməkdən ötrü onun üzərində həmişə su qatı qalınlığı 20 mm olan «hava yastığı» saxlanılmalıdır.

5.11.5. Sellüloz filtirin hazırlanması

Filtr doldurmazdan əvvəl pambıq və ya sellüloza distillə suyunda isladılır. İsladılmış material pinsetlə hissə-hissə götürülür və içərisi distillə suyu ilə dolu olan filtirə yerləşdirilir. Doldurulma zamanı material yüngülcə sıxılır, şayba ilə bağlanır və dairəvi sıxılığının (xamut) köməyi ilə sıxılır. Filtirləyici materialın qalınlığı 50 mm olmalıdır. Filtirdə material distillə suyu ilə 10 m/saat sürətlə filtrat tam açıq rəng olana qədər yuyulur.

5.11.6. KU-2-8 kationit materialının hazırlanması

KU-2-8 kationit şüşə stəkanda isladılır, sellüloz filtirdən bir gün müddətində keçirilir, sonra I və II pilləli H-kationit filtrlərə doldurulur. Hər filtirdə materialın hündürlüyü 500 mm olmalıdır.

2-3 m/saat sürətlə $0,5 \text{ dm}^3$ 60°C -yə qədər qızdırılmış 5-7%-li xlorid turşusu kationitdən keçirilir və sonra material 10 m/saat sürətlə sellüloz filtirdən keçirilmiş su ilə yuyulur. Yuma metilnarıncı görə onun tərkibində natriumun qatılığını yoxlamaqla neytrallaşma reaksiyasına qədər aparılır. Natriumun qatılığı $1 \text{ mkq}/\text{dm}^3$ olduqda filtr işə buraxıla bilər.

5.11.7. AB-17-8 anionit materialının hazırlanması

Anionit AB-17-8 bir gün ərzində 5%-li natrium hidroksid məhlulunda saxlanılır, sonra işə filtirə doldurulur. Filtirdə materialın hündürlüyü 500 mm-dir. Anionit tədricən qələvidən təmizlənir: əvvəlcə fenolftaleinə görə neytral reaksiyaya qədər distillə suyu ilə

yuyulur, sonra sellüloz və iki H-kationit filtirlərdən keçirilmiş su ilə yuyulur. Yumanın nəticəsinə filtirdə natriumun qatılığını təyin etməklə nəzarət edilir ki, o da filtirə daxil olan suda natriumun qatılığı ilə müqayisə olunur. Yuma sürəti 10 m/saatdır.

5.11.8. FSD üçün ionitin hazırlanması

H-kationit və anionit filtirlərində olduğu kimi kationit və anionit doldurulmaq üçün hazırlanır. Filtirləyici materialların yuyulması üçün ayrıca laboratoriya filtiri lazımdır.

Yuyulmuş kationit və anionit bərabər həcmlərdə polietilen qablarda əl ilə qarışdırılır, üzərinə distillə suyu tökülür. Qarışıq qabda saxlanılır. Filtirləyici qarışıq 400 mm hündürlüyündə laboratoriya filtirinə yerləşdirilir.

5.11.9. Qurğunun işlədilməsi

Suyun üzvü birləşmələrdən təmizlənməsi zamanı filtirlənmənin sürəti 5 m/saatdan yuxarı olmamalıdır. Filtirin iş prosesində bir sutka fasiləyə yol verilərsə işə buraxmazdan əvvəl filtratın ilk 2 dm³-i atılır.

Filtirə yüklənmiş aktivləşmiş kömür 10,000 dm³ suyu təmizləyə bilər. İşlənmiş kömür yenisi ilə əvəz olunur. Yuxarıda göstərilən quruluşda sellüloz filtr 2000 dm³ suyu təmizləyə bilər, bundan sonra o yenisi ilə əvəz olunmalıdır. Filtirin müqaviməti nəzərə çarpacaq dərəcədə artdıqda filtratın dəyişdirilməsi tsikli azala bilər. Suyun ionit filtirlərdən keçirilməsi 10 m³/saatdır (suyun sərfi 5 dm³/saatdır).

Bütün qurğuya nəzarət distillə suyunun xüsusi elektrik keçiriciliyinə və onun tərkibində olan silisiumun miqdarına görə aparılır.

Bu suyun xüsusi elektrik keçiriciliyi PK-67 konduktometri və ya uyğun həssaslığı olan digər bir cihazda aparılır. Ölçmə zamanı su nümunəsi hava ilə götürülməlidir.

Normal işləyən qurğu, 20-25°C-də temperaturda xüsusi elektrik keçiriciliyi 0,1 mkCm/sm olan suya görə verilməlidir, silisiumun miqdarı isə silisium oksidə görə 5 mkq/dm³-dən çox olmamalıdır. Bu göstəricilərdən biri yüksələrsə onda FSD filtirləyici qarışıq yenisi ilə əvəz olunur, digər ionit filtirlər isə regenerasiyaya məruz qalır.

Anionit filtrinin işinə ayrıca nəzarət olunmur. Əgər kationlaşmış suya distillə suyundan çox tələbat varsa, onda kationit filtirlərinin işinə I pillə filtirdən sonra filtratdan natriumun qatılığına görə ayrıca

nəzarət olunur. Natriumun qatılığı alovlu fotometriya üsulu ilə təyin olunur. Natriumun qatılığı 1 mkq/dm^3 -dan yuxarı qalxdıqda I pillə filtr sxemdə kənarlaşdırılır və regenerasiyaya uğradılır.

Sonra onun əvəzinə sxemə II pillə filtri buraxılır, axıruncunun əvəzinə isə regenerasiya olunmuş I pillə filtri qoyulur.

Bütün qurğunun və kationit filtirlərin işinə ilk dəfə 1000 dm^3 təmizlənmiş su, sonra isə hər 500 dm^3 su alındıqdan sonra nəzarət olunur.

Qurğuda 1 sutka fasiləyə yol verildikdən sonra II pillə H-kationit filtrin içərisindəki filtratdan 2 dm^3 atılır. Anionit filtr və FSD isə atılmır.

Filtr regenerasiyaya görə dayandırılarkən, sonra yenidən işə buraxılarkən və qurğudan su götürərkən nəzarət etmək lazımdır ki, digər filtirlərdəki suyun səviyyəsi filtirləyici materialın səviyyəsindən aşağı düşsün. Təmizlənmiş su polietilen qablarda saxlanılır ki, bu qablar da əvvəldən aşağıdakı şəkildə təmizlənir: bu qablara 2%-li natrium qələvisi tökülür, 1 sutka saxlanılır, əvvəlcə distillə suyu ilə (fenolftaleinə görə mənfi reaksiyaya qədər), sonra distillə suyu ilə yuyulur.

Qab o zaman istifadə üçün yararlı sayılır ki, onun içərisində 1 sutka distillə suyu saxlandıqda onun tərkibində olan natriumun qatılığının dəyişməsi alovlu fotometrin həssaslığı həddindən kənar da yerləşsin.

5.12. Suda nitritlərin fotokolorimetrik üsulu ilə təyini üzrə metodika

5.12.1 Mahiyyəti və təyinatı

Bu üsul suda nitrit ionlarının miqdarı 10-dan 200 mq/dm³ qədər olduqda nitritlərin təyini üçün nəzərdə tutulmuşdur.

Üsul nitritlərin sulfanil turşusu və α -naftilamindən ibarət olan Qriss reaktivi ilə qarışıqlı təsirindən alınan rəngli birləşmənin kalorimetrdə ölçülməsindən ibarətdir. Nitritlər sulfanil turşusu ilə diazobirləşmə, o isə öz növbəsində α -naftilamin ilə azokrasitel əmələ gərir. Azokrasitelin rəng intensivliyi nitritlərin miqdarına mütənasibdir. Analizin aparılma müddəti 20 dəqiqədir.

5.12.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotokolorimetr KFK və ya digər marka.
- Su hamamı.
- Kolba, tutumu 100,250,1000 sm³, DÜİST 1770-74.
- Pipet, tutumu 1,5,20,100 sm³, DÜİST 20292-74.
- Kn tipli düz dibli kolba, nominal tutumu 200,500 sm³, DÜİST 25336-82.
- Bölgülü qf, DÜİST 25336-82.
- Qriss reaktivi, MRTU 6-09-3569-74, «a.ü.t.»
- Qriss reaktivi olmadıqda:
 - α -naftilamin, DÜİST8827-74 «a.ü.t.»
 - Sulfanil turşusu, susuz, DÜİST 5821-78 «a.ü.t.»
 - Çaxır turşusu, DÜİST 5817-77, «a.ü.t.»
 - Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «k.t» 10%-li məhlul və 1 n, 0,1n qatılığa malik məhlul ($\frac{1}{2}H_2SO_4$) = 1;0.1mol / dm³
- Xorid turşusu, DÜİST 3118-77, «k.t», qatılığı (HCl)=0,1 mol/dm³ (0,1n) olan məhlul.
- Kalium-permanqanat, DÜİST 20490-75, «k.t» və ya fiksanal TU 6-09-2540-72, qatılığı ($\frac{1}{5}KMnO_4$) = 0.1mol / dm³ (0,1 n) olan məhlul.
- Metilçəhrayı indikator, DÜİST 10816-64, 0,1 %-li məhlul.

- Natrium-nitrit, DÜİST 4197-74, «k.t»
- Normal butil spirti, DÜİST 6006-78, «a.ü.t»,
- Xloroform, DÜİST 20015-74.
- Metallik yod, DÜİST 4159-64, «a.ü.t», qatılığı $(\frac{1}{2}J_2) = 0.1$
mol / dm³ (0,1n) olan məhlul.
- Natrium-tiosulfat, fiksanal, TU 6-09-2540-72, qatılığı (Na₂S₂O₃)
= 0,1 mol/dm³ (0,1n) olan məhlul.

5.12.3. Reaktivlərin hazırlanması

Reaktivlərin hazırlanması, nümunə və standart məhlulların durulaşdırması üçün distillə suyundan istifadə edilir.

5.12.3.1. Qriss reaktiv

10 qram bərk reaktiv 90 sm³ distillə suyunda həll edilir. Hazır reaktiv olmadıqda 1 qram α-naftilamin, 10 qram sulfanil turşusu və 90 qram çaxır turşusu qarışdırırlar. Qarışıq farfor həvəngdəstədə əzilir və tünd rəngli ağzı tıxaclı qabda saxlanılır. Lazım olduqda bu reaktivin 10%-li məhlulu hazırlanır və filtirlənir. Məhlul 1 ay ərzində yararlıdır, quru qarışığın isə saxlanması müddətsizdir.

5.12.3.2. Nitrit ionlarının qatılığı 1 mq/dm³ olan natrium-nitritin standart məhlulu

Ehtiyat məhluldan hazırlanır. Ehtiyat məhlul üçün 1,5 qram natrium-nitrat distillə suyunda həll edilir, həcmi 1 dm³-ə çatdırılır və məhlul qarışdırılır.

Ehtiyat məhlul davamsızdır və işçi standart məhlul hazırlamazdan əvvəl mütləq onun titri təyin olunmalıdır. Bunun üçün 500 sm³ həcmə malik konusvari kolbaya 5 sm³ 0,1 mol/dm³ kalium-permanqanat məhlulu, 20 sm³ 10%-li sulfat turşusu və 250 sm³ distillə su tökülür. Kolbadakı məhlul 40°C-yə qədər qızdırılır (qaynadılmır), ehtiyat məhlulu olan natrium nitrit ilə büretkadan titrlənir, 3 paralel analiz aparılır.

Nitrit-ionun ehtiyat məhlulda kütlə qatılığı (M) mq/dm³ ilə aşağıdakı düstura görə hesablayırıq.

$$M = \frac{a \cdot c \cdot k \cdot 23}{V} = \frac{5 \cdot 0.1 \cdot k \cdot 23}{V} = 1.15 \cdot \frac{k}{V}$$

Burada:

A - analiz üçün götürülmüş 0,1 mol/dm³ kütlə qatılığına malik kalium

- permanqanatın həcmi, sm³;*
 C – *kaliyum permanqanat məhlulunun nominal qatılığı, mol/dm³;*
 K – *kaliyum permanqanat məhlulunun nominal qatılığına düzəliş əmsalı;*
 23 – *oksidləşmə reaksiyasında kaliyum permanqanat ilə ionlarının çevrilməsinin ekvivalent kütləsi;*
 V – *titrləməyə sərf olunan (orta riyazi qiyməti) ehtiyat məhlulunun həcmi sm³.*

İşçi standart məhlul (kütlə qatılığı 1 mq/dm³ olan) ehtiyat məhlulunun pillə-pillə durulaşdırılması ilə hazırlanır. Standart məhlul hazırlandığı gün yararlıdır.

5.12.4. Dərəcəli qrafikin qurulması

100 sm³ ölçü kolbalarına 0,5; 1; 2; 5; 10; 15 və 20 sm³ natrium ionlarının kütlə qatılığı 1 mq/dm³ olan standart məhlul tökülür. Hər bir kolbada məhlulun həcmi cizgiyə qədər çatdırılır. Bütün kolbalara 1 sm³ Qriss reaktivinin məhlulu tökülür, məhlul qarışdırılır və 200 ml-lik konusvari kolbalara tökülür. Kolbalar 1 dəqiqə qaynayan suda saxlanılır. Sonra otaq temperaturuna qədər soyudulur və analizin gedişatına uyğun olaraq rəng intensivliyi ölçülür. Müqayisə üçün 100 sm³ distillə su götürülür və analiz mərhələlərindən keçirilir.

Ölçmənin nəticələrinə əsasən qrafik qurulur, absis oxunda hər kolbada nitrit-ionlarının kütləsi (mq), ordinat oxunda isə uyğun optiki sıxlıq götürülür.

5.12.1.5. Nümunənin götürülməsinə və analizə hazırlıq. Su nümunəsi təmiz yuyulmuş quru şəffaf qabda götürülür və ağzı kip tıxacla bağlanılır. Analiz nümunə götürülən zaman təcili aparılmalıdır, əgər 1 sutkadan sonra aparılırsa mütləq nümunə soyuducuda (3-4°C) saxlanılmalıdır. Soyuducuda saxlamadıqda nümunə saxlanılaraq üzərinə 1 sm³ qatı H₂SO₄ turşusu və ya 2-4 sm³ xloroform (1 dm³ nümunəyə görə hesabatda) əlavə etmək olar.

Əgər analiz edilən suda nitrit ionlarının miqdarı 10 mq-ekv/dm³ - dan çox olarsa bu su əvvəlcə pH = 4,4 olana qədər neytrallaşdırılmalıdır. Ayrıca su nümunəsində metilnarıncı görə qələvilik təyin olunur, ancaq analiz zamanı götürülən nümunəyə indiqatorsuz 0,1 mol/dm³ qatılığa malik turşu əlavə edilir. Böyük həcmdə götürülən nümunədə ya da analiz olunan suyun qələviliyi yüksək olduqda

neytrallaşma qatılığı 1 mol/dm³ olan turşu ilə aparılır. Hidrazinin kütlə miqdarı 10 mq/dm³-dan çox olduqda o hidrazinin təyinine mane olur.

Onun manecilik təsirini aradan qaldırmaq üçün 50 sm³ ölçü kolbasına 40 sm³-dan çox olmayan miqdarda distillə suyu tökülür, damcı-damcı 0,1 mol/dm³ qatılıqlı yod məhlulu açıq sarı rəng alınana qədər əlavə olunur. Yodu lazımı miqdardan artıq tökmək məsləhət görülmür. 2 dəqiqədən sonra damcı ilə 0,1 mol/dm³ qatılığa malik natrium-sulfit əlavə edilir ki, bu zaman rəng tamam itir. Sulfitin bir neçə damcı artıq olması analizə təsir etmir.

Analiz olunan su filtirləmə və ya çökdürmə ilə asılıqan maddələrdən azad olunmalıdır. Əgər su çox çirklidirsə və ya rənglidirsə onda onun tərkibində olan mane olan maddələr ekstraksiya olunur. Bunun üçün 100 sm³ analiz olunan su bölgülü qıfa tökülür, üzərinə 15-20 sm³ butil spirti tökülür və qarışıq sürətlə çalxalanır. Məhlul parçalandıqdan sonra aşağı su təbəqəsi kolbaya tökülür və analiz olunur.

5.12.6. Analizin aparılması

100 sm³ ölçü kolbasına (50-100 sm³) hazırlanmış su nümunəsi tökülür, bu nümunənin tərkibində nitritlərin miqdarı təxminən 5-15 mkq həddində olur: əgər nümunənin həcmi 100 sm³-dən azdırsa, onda distillə suyu ilə onun həcmi cizgiyə qədər çatdırılır. 1sm³ Qriss reaktivinin məhlulu tökülür, yavaş-yavaş qarışdırılır.

Məhlul 200 sm³ həcmə malik konusvari kolbaya tökülür və qaynayan su hamamında bir dəqiqə saxlanılır.

Otaq temperaturuna qədər soyudulmuş rəngli məhlul uducu səthinin qalınlığı 50 mm olan küvetdə 520 nm dalğa uzunluğunda kolorimetrdə ölçülür.

Müqayisə məhlulu kimi analizin bütün mərhələlərindən keçmiş 100 sm³ distillə suyu götürülür. Nitrit ionlarının analiz olunan suda mkq-la miqdarı dərəcəli qrafikdən təyin olunur.

5.12.7. Nəticələrin hesablanması

Nitrit ionlarının suda kütlə qatılığı (X), mkq/dm³ aşağıdakı düstura əsasən hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – analiz üçün götürülmüş suda nitrit ionlarının kütləsi, mkq;
 V – analiz olunan suyun həcmi, sm^3 .

Təyinin nəticəsi kimi iki paralel təyinin nəticəsinin riyazi qiyməti götürülür.

5.13. Suda xlor ionlarının fotokolorimetrik üsulu ilə təyini üzrə metodika

5.13.1. Mahiyyəti və təyinatı

Bu metodika xlor ionlarının miqdarı 50-1000 mkq/dm³ olduqda suda xloridlərin təyini üçün nəzərdə tutulmuşdur.

Bu üsul xloridlərin gümüş nitratla qarşılıqlı təsiri nəticəsində az həll olan gümüş-xlorid çöküntüsünün əmələ gəlməsinə əsaslanır.

Xəta - 1 dm³ suda $\pm 2,5$ mkq xlor-ionları həddindədir. Analiz zamanı ona diqqət etmək lazımdır ki, yaxınlıqda xlorid turşusu və digər uçucu xloridlər olmasın. Analizin müddəti 40 dəqiqədir.

5.13.2. Cihazlar, qablar və reaktivlər

- Fotokolorimetr KFK və ya digər marka.
- Ölçü kolbaları, tutum 50, 100, 1000 sm³, DÜİST 1770-74.
- Pipet, tutum 1, 2, 5, 10, 20, 25 sm³ DÜİST 20292-74.
- Gümüş-nitrat, DÜİST 1277-75, «k.t» qatılığı (AgNO₃)=0,1 mol/dm³ (0,1n).
- Nitrat turşusu, DÜİST 4461, «k.t» 25%-li məhlul.
- Natrium-xlorid, fiksanal, TU 6-09-2540-72, qatılığı (NaCl) = 0,1 mol/dm³ (0,1 n).
- Xloroform DÜİST 20015-74

5.13.3. Reagentlərin hazırlanması

Reaktivlərin məhlullarını hazırlamaq, nümunə və standart məhlullarının durulaşdırılması üçün kimyəvi duzsuzlaşmış suyundan istifadə olunur.

5.13.3.1. *Gümüş-nitrat məhlulu.* 1,7 qram gümüş-nitrat 100 sm³ 25 %-li azot turşusunda həll edilir.

5.13.3.2. *Xlor-ionlarının miqdarı 1 mq/dm³ olan standart natrium-xlorid məhlulu*

Əvvəl xlor ionlarının kütlə qatılığı 10 mq/dm^3 olan ehtiyat məhlul hazırlanır. Bunun üçün $2,82 \text{ sm}^3$ 1 mol/dm^3 natrium-xlorid məhlulu 1 dm^3 ölçü kolbasında kimyəvi duzsuz laboratoriya suyu ilə durulaşdırılır. Xlor ionlarının kütlə qatılığı 1 mq/dm^3 olan standart işçi məhlul ehtiyat məhlulu analizdən əvvəl kimyəvi duzsuzlaşmış laboratoriya suyu ilə 10 dəfə durulaşdırmaqla alırlar.

5.13.4. Dərəcəli qrafikin qurulması

50 sm^3 ölçü kolbalarına 0,1; 2; 5; 10; 20; 50 sm^3 xlor - ionlarının kütlə qatılığı 1 mq/dm^3 olan standart məhlullar tökülür ki, bu qatılıqlar da 0,1; 2; 5;10; 20; 50 mkq xlor-ionlarının miqdarlarına uyğundur. Kolbadakı həcm distillə suyu ilə cizgiyə qədər çatdırılır və üzərinə 2 sm^3 gümüş-nitrat məhlulu əlavə edilir. Sonrakı əməliyyatlar işçi nümunənin analizində olduğu kimi yerinə yetirilir və müqayisə məhlulu kimi nümunədən istifadə olunur. Alınan məhlulların ölçülmüş optiki sıxlıqlarına görə dərəcəli qrafik qurulur, absis oxunda xlor ionlarının mkq -la miqdarı, ordinat oxunda isə cihazın göstəricisi qeyd olunur.

5.13.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması

Analiz nümunəsi təmiz quru şüşə qaba götürülür və tıxac ilə kip bağlanır. Nümunə adətən saxlanılmır, bəzi hallarda 1 dm^3 nümunəyə $2-4 \text{ sm}^3$ xloroform əlavə edilərək biokimyəvi proseslərin qarşısı alınır. Analiz üçün 50 sm^3 -dan çox olmayan su tələb olunur. Nümunə elə götürülür ki, onun tərkibində xlor ionlarının miqdarı 50 mkq -ı keçməsin.

5.13.6. Analizin aparılması

Nümunə 50 sm^3 ölçü kolbasına tökülür, həcmi distillə suyu ilə 50 sm^3 çatdırılır, üzərinə 2 sm^3 gümüş nitrat (AgNO_3) məhlulu əlavə edilir, yavaş-yavaş qarışdırılır və qaranlıq yerə qoyulur. 30 dəqiqədən sonra bulanıq məhlullar yenidən qarışdırılır, uducu səthinin qalınlığı 50 mm olan küvetdə 10 nm dalğa uzunluğunda optiki sıxlığı ölçülür. Müqayisə məhlulu kimi işçi olmayan nümunə götürülür. İşçi olmayan nümunəni hazırlamaq üçün 50 sm^3 kimyəvi distillə suyu 50 sm^3 ölçü kolbasına tökülür üzərinə 2 sm^3 gümüş-nitrat tökülür, qarışdırılır və 30 dəqiqə qaranlıqda saxlanılır.

Analiz olunan suda xloridlərin mkq-la miqdarı qrafikdən tapılır.

5.13.7. Nəticələrin hesablanması

Suda xloridlərin kütlə qatılığı (X), mkq/dm³ aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – analiz olunan suda xlor-ionlarının kütləsi, mkq;

V – analiz olunan nümunənin həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təyinin orta riyazi qyməti götürülür.

5.14. Suyun qələviliyinin təyin edilməsi üzrə metodika

5.14.1. Mahiyyəti və təyinatı

Suyun qələviliyi onda həll olan qələvi birləşmələri ilə ifadə olunur və indikatorun rəngi dəyişənədək nümunənin uyğun pH –a gətirilməsinə sərf olunan xlorid turşusunun miqdarının ölçməsinə əsaslanan həcmi metodla təyin edilir.

Qələvilik aşağıda göstərilən indikatorlara görə fərqləndirilir:

Fenolftaleinə görə qələvilik (pH 8.2.-10)

Qarışıq indikatora görə qələvilik (pH-5.2 - 5.6)

pH=8.3-ü əldə etmək üçün (indikator fenolftalein) titrləməyə sərf olunan turşunun miqdarı sərbəst qələviliyə pH 5,6-nı əldə etmək üçün isə (qarışıq indikator) turşunun miqdarı ümumi qələviliyə ekvivalentdir. Fenolftaleindən istifadə etdikdə qələvi hidrokksidləri ilə yanaşı, qismən karbonatlar, fosfatlar və təməmilə silikatlar titrlənir.

Qələvilik - analiz edilən suda mkq ekv/dm³ ilə ifadə olunur.

Təyin edə bilmə həddi titrləməsi zamanı 100 sm³ nümunənin 5 mkq ekv/dm³-dir.

Analizin müddəti - 15 dəqiqədir.

5.14.2. Qablar və reaktivlər

- Büret, icra 1, d.c.2. həcm 25 sm^3 DÜİST 20292-74.
- Pipet, icra 1 və ya 4, d.c.1. həcm $25, 100 \text{ sm}^3$, DÜİST 20292-74.
- Mikrobüret, icra 6, d.c.2. həcm 5 sm^3 , 20292-74.
- Kimyəvi stəkanlar, tip BH -100 TC, DÜİST 25336-82.
- Konusvarı kolbalar, tip Kn, icra 1 və ya Kn icra 2, həcm 250 sm^3 , DÜİST 25336-82.
- Qıf, TİP V, DÜİST 25336-82.
- Bükslər, tip SV DÜİST 25336-82.
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-67 və ya fiksonal, TŞ 6-09-2540-72, 0,1; 0,01 n. məhlullar.
- Fenoltalein (indiqator), DÜİST 5850-72, 1 %-li spirtdə məhlul.
- Metil-qırmızı (indiqator) DÜİST 5853-51.
- Metilen-mavi (indiqator) MRTU 6-09-2945, «a.ü.t.»

5.14.3. Reagentlərin hazırlanması

Məhlulları hazırlamaq və nümunələri durulaşdırmaq üçün distillə suyundan istifadə edilir. Qələvilik 1 mq-ekv/dm^3 çox olduqda analiz zamanı distillə suyundan istifadə edilir.

5.14.3.1. *Qarışıq indiqator.* Eyni həcmdə 0,2%-li metil-qırmızının spirtdə məhlulu ilə 0,1%-li metilen-mavinin spirtdə məhlulu qarışdırılır.

5.14.4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Nümunə şəffaf şüşəli təmiz qabda götürülür və ağzı tıxacla kip bağlanır, analizi dərhal aparırlar. Əgər qab su ilə tıxacadək doldurulursa, onda analiz sutka ərzində aparıla bilər. Nümunə filtirdən keçirilir ya da çökdürülür. Nümunədə asılıqan maddələr olarsa, bu əməliyyatları tez yerinə yetirmək vacibdir.

Hər analizə 100 sm^3 -dək su tələb olunur. Nümunənin həcmi suyun qələviliyinin təxmini qiyməti ilə tənzimlənir.

Nümunənin qələviliyi 50 mkq-ekv-dən çox olduqda $0,1 \text{ mol/dm}^3$ qatılıqlı turşu məhlulu ilə, az olduqda $0,01 \text{ mol/dm}^3$ turşu məhlulu ilə titrləyirlər. Əgər turşunun həcmi 2 sm^3 -dən çox deyilsə mikrobüret, çox olduqda isə büret ilə götürülür.

5.14.5. Analizin aparılması

Su nümunəsi 250 sm³ konusvarı kolbaya tökülür, mayenin həcmi distillə su ilə 100 sm³-dək çatdırılır, üzərinə 3 damcı fenoltalein töküüb ağ fonda rəng moruğundan rəngsiz hala keçənədək titrləyirlər, turşunun sərfini qeyd edərək ($a_{f.f}$) üzərinə 5 damcı qarışıq indiqator tökərək, məhlulun rəngi yaşıldan bənövşəyiyə keçənədək titrləmə davam etdirilir, turşunun ümumi sərfini a_{sm} , sm³ qeyd edirlər.

5.14.6. Nəticələrin təhlili

Analiz edilən suyun qələviliyi bu düsturla hesablanır:

$$Q_{ff} = \frac{a \cdot c \cdot k \cdot 1000}{V}$$

$$Q_{sm} = \frac{a_{sm} \cdot c \cdot k \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- a və a_{sm} – nümunənin titrlənməsinə sərf edilən 0,1 və ya 0,01 mol/dm³ qatılıqlı HCl turşu məhlulunun həcmi;
 c – turşu məhlulunun nominal qatılığı;
 k – titrlənən məhlulun düzəliş əmsali

Analizə götürülən nümunənin həcmi, sm³.

Nisbi analizin nəticəsi kimi 2 paralel təcrübənin orta riyazi qiyməti götürülür. İki nəticə arasındakı xəta 10 %-dən çox olmamalıdır.

5.15. Suyun oksidləşməsinin təyin edilməsi üzrə metodika

5.15.1. Mahiyyəti və təyinatı

Bu metodika suyun üzvi maddələrlə çirklənmə dərəcəsini təyin etmək üçündür.

Metod suda 3 mq-dan çox xlor ionu olarsa, turş və qələvi mühitdə üzvi maddələrin kalium-permanqanatla qismən oksidləşməsinə əsaslanır.

Permanqanat oksidləşmə - şərti xüsusiyyətdir, belə ki, nümunədəki bütün üzvi maddələr parçalanmır; onlarla birlikdə bəzi qeyri-üzvi birləşmələr də parçalana bilər, məsələn; sulfatlar, sulfidlər, dəmir 2-oksidi və s.

Permanqanat oksidləşməsi 1 dm³ suda üzvi birləşmələrin oksidləşməsinə sərf olunan mq oksigenlə ifadə edilir.

Təyin etmə həddi - 1 mq/dm³ O₂.

Analiz müddəti - 30 dəqiqə.

5.15. 2. Qablar və reaktivlər

- Bağlı qızdırıcıya malik elektrik sobası, DÜİST 306-76.
- Kolba, icra 2, həcm 100, 1000 sm³ d.ç.2, DÜİST 1770-74.
- Pipet, icra 5, həcm 2, 10, 50 sm³ və 100 sm³, DÜİST 20292-74.
- Kolba, tip Kn, icra 1, həcm 250-300 sm³ DÜİST 25336-82
- Büret, icra 1, həcm 10, 25sm³, DÜİST 20292-74.
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «a.ü.t.» 10 n qatılıqda su ilə durulaşdırılmış (1:1) və (1:2).
- Oksalat turşusu, DÜİST 22180-76, «k.t» və ya fiksonal, TŞ 6-09-2540-72, 0,1 n. məhlul
- KMnO₄, DÜİST 20490-75, «k.t», 0,01 n məhlul.
- NaOH, DÜİST 4328-77, «k.t», 10%-li məhlul.

5.15.3. Reagentlərin hazırlanması

Reaktivlərin hazırlanması və nümunənin durulaşdırılması üçün distillə suyudan istifadə edilir.

5.15.3.1. 10 mol/dm³ qatılıqlı sulfat turşusu məhlulu. İstiliyə davamlı şüşə kolbaya 1 dm³ distillə suyu və tədricən 380 sm³ ((ρ=1,83 q/sm³) sulfat turşusu tökülür.

5.15.3.2. 0,01 mol/dm³ qatılıqlı turşəng turşusu məhlulu. Əvvəlcə 0,1 mol/dm³ qatılıqlı turşu məhlulu hazırlanır: fiksanalı və ya 6,3025q kristallaşmış reaktiv turşusunu 1 dm³ ölçü kolbasına tökür və azacıq miqdarda distillə suyunda həll edirlər. Durulaşdırılmış 50 sm³ sulfat turşusu (1:1) əlavə edirlər, kolbanı xəttə qədər distillə suyu ilə dolduraraq qarışdırırlar. Məhlul kip tıxaclı tünd rəngli şüşə qabda saxlanılır. 0.01mol/dm³ qatılıqlı məhlul 0,1 mol/dm³ qatılıqlı məhlulu distillə suyu ilə durulaşdırmaqla hazırlanır.

5.15. 4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Su nümunəsi təmiz yuyulmuş quru şüşə qaba götürülür. Əgər nümunəni saxlamaq tələb olunursa onda hər 100sm³-ə 2sm³ (1:2) sulfat turşusu əlavə etməklə saxlanılır, ancaq bu miqdarı analiz aparanda nəzərə almaq lazımdır. Oksidləşməni təyin etmək üçün

250-300 sm³ konusvarı kolbadan istifadə edirlər. Təzə kolbaları isti permanqanat məhlulu ilə yuyurlar.

Kolbadan yalnız bu analizi aparmaq üçün istifadə edirlər.

5.15.5. Analizin aparılması

5.15.5.1. Turş mühitdə oksidləşmənin təyini. Turş mühitdə oksidləşməni təyin etmək üçün nümunəni qarışdırırlar. 50 sm³ götürüb 250 sm³ konusvarı kolbaya tökülür və oraya (pipet ilə) 50 sm³ distillə suyun, 10 sm³ 10mol/dm³ qatılıqlı sulfat turşusu əlavə edilərək, mayeni demək olar ki, qaynayanadək qızdırıb, pipet ilə dəqiq 10 sm³ 0,01 mol/dm³ qatılıqlı KMnO₄ məhlulu əlavə edirlər. Mayeni 10 dəqiqə ərzində qaynadırlar. Qaynamamanın başlama vaxtı qabarcıqların ayrılmağa başladığı vaxt götürülür. Müntəzəm qaynama üçün kolbaya «qaynadıcı» atırlar (2-3 tikə kvars, şüşə kapilyar və ya muncuq).

Qaynama başladıqdan 10 dəqiqə sonra, dərhal qaynamanı dayandırıb kolbaya pipet ilə 10 sm³ 0.01mol/dm³ oksalat turşusu tökürlər. Rəngsiz mayeni 0.01 mol/dm³ qatılıqlı KMnO₄ məhlulu ilə şüşə kranlı büretdən titrləyirlər. Rəng bir dəqiqə ərzində itən zəif-çəhrayı olmalıdır.

Əgər maye qaynadıqda rəngsizləşib, tünd rəng alıb və ya qəhvəyi çöküntü əmələ gəlibsə onda analiz daha az nümunə ilə aparıb, onu distillə suyu ilə ümumi həcmi 100 sm³ olanadək durulaşdırırlar.

Əgər turşəng turşusunun titrlənməsinə 2 sm³-dan az və 6 sm³-dən çox 0,01 mol/dm³ qatılıqlı KMnO₄ məhlulu sərf edilirsə, onda analiz təkrar edilir.

5.15.5.2. Qələvi mühitdə oksidləşməni təyini. Qələvi mühitdə oksidləşməni təyin etmək üçün 100 sm³ nümunə 250 sm³ konusvarı kolbaya tökülür, distillə suyu ilə 100 sm³-ə çatdırılır. 2 ml 10%-li qələvi məhlulu əlavə edib qaynayanadək qızdırılır və pipet ilə dəqiq 10 sm³ 0,1 mol/dm³ qatılıqlı KMnO₄ məhlulu tökülür. Sonra onu qaynamağa başladığı andan 10 dəqiqə qaynadırlar. İsti məhlula 10 mol/dm³ qatılıqlı 10 sm³ H₂SO₄ məhlulu və 0,01 mol/dm³ qatılıqlı 10 sm³ turşəng turşusu məhlulu əlavə edirlər. Rəngsizləşmiş məhlul 0,01 mol/dm³ qatılıqlı KMnO₄ məhlulu ilə bir dəqiqə ərzində itməyən zəif çəhrayı rəng alınadək titrlənir.

Qələvi mühitdə KMnO₄-lə qaynatdıqda maye qonur çöküntü verir, məhlul yaşıl-bənövşəyi rəng alır. Lakin bununla belə təkrar analiz aparılmır. Qonur rəngli çöküntünün üzərindəki maye tam

rəngsizləşərsə, analiz üçün daha az su götürüb, təkrar analiz etmək lazımdır. Sınaq təcrübəsi aparmaq üçün 100 sm³ distillə suyu götürülür və analizin bütün mərhələlərindən keçirilir.

5.15.6. Nəticələrin təhlili

Kalium permanqanatın oksidləşməsi (X), mq/dm³/O₂ bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{(a_1 - a_n) \cdot c \cdot \kappa \cdot 8 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a_1 və a_n – analiz suyuna və sınaq təcrübəsinə sərf edilən 0,01 mol/dm³ KMnO₄ məhlulunun həcmi, sm³;

C – 0,01 mol/dm³ KMnO₄ məhlulunun nominal qatılığı;

κ – KMnO₄-ün nominal qatılığına düzəliş əmsali;

8 – oksigenin ekvivalent kütləsi;

V – analiz suyunun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi iki paralel təcrübənin orta riyazi qiyməti götürülür.

5.16. Sudakı quru və közərdilmiş qalıqın təyin edilməsi metodikası

5.16.1. Təyinatı və mahiyyəti

Quru qalıq 120°C-də filtirdən keçirilmiş suda həll olmuş uçucu olmayan maddələrin ümumi miqdarıdır.

Közərdilmiş qalıq sudakı quru qalığı bir neçə dəqiqə 800°C-də közərtildikdən sonra yerdə qalan maddələrin ümumi miqdarıdır.

Quru qalıqın təyin edilməsi filtirdən keçirilmiş suyun buxarlandırılması, alınan qalıqın 120°C-də qurudularaq sabit çəkinyə gətirilməsinə əsaslanır.

Bu üsulla təyin edilən quru qalıq, praktiki olaraq qeyri-üzvi qarışıqların həqiqi miqdarına cavab vermir ki, bu da qalıqdakı maddələrin hiqroskopiklikliyi ilə ələqədardır.

Qalıqın kütləsi həm arta bilər, həm də bəzi üzvi maddələrin oksidləşməsi hesabına azala bilər.

Quru və közərdilmiş qalıqın təyin edilmə xətası çəkinin dəqiqliyindən asılıdır: tərəzidə çəkmə əməliyyatları 0,0005 qram dəqiqliklə aparılır.

5.16.2. Cihazlar, materiallar, qablar

- Laboratoriya analitik tərəzi 2-ci sinif, DÜİST 2401-80.
- Avtomatik termostatlaşdırıcı quruducu şkaf (120°C).
- Mufel sobası (800°C).
- Kvars (platin) kasalar və ya kvars tigellər, DÜİST 6563-75; DÜİST 19908-74.
- Farfor buxarlandırma kasaları № 4.5 150-200 sm³ DÜİST 9147-80.
- İnfraqırmızı lampası K-200 D, 165-175°C.
- Kağız filtirlər, MRTU 6-09-2411-64, «qırmızı lent».
-

5.16.3. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Analiz üçün ehlə həcmdə su götürürlər ki, quru qalıqın kasadakı kütləsi 50-150 mq olsun. Məsələn, əgər quru qalıq təxminən 5 qram olarsa, onda analizə 20-25 sm³ nümunə 50 mq/dm³-200 sm³, 100 mq/dm³ - 500 sm³, 500 mq/dm³-1000 sm³ götürülür.

Nümunə kağız filtirdən keçirilərək asılıqlardan azad olur.

Analiz üçün kasa hazırlanır və o sabit çəkiyə gətirilir.

Quru qalıq üçün farfor kasa və ya puta, közərdilmiş qalıq üçün isə platin və ya kvars kasa istifadə olunur.

5.16.4. Analizin aparılması

Analiz nümunəsi asılıqlan maddələrdən azad olunduqdan sonra hissə-hissə kasaya daxil edilir və buxarlandırılır. Buxarlandırma infraqırmızı lampası və ya qaynayan su hamamında aparılır.

Aparılmış qalıq 120°C-də sabit çəkiyə gələnə qədər qurudulur, bunun üçün içində çöküntü olan quru qalıq quruducu şkafda 1 saat, sonra isə 30 dəqiqə qurudulur. Sonra eksikatora onu soyudurlar.

Közərdilmiş qalıqı təyin etmək üçün quru qalıq platin və ya kvars kasada 800° C - də 5 dəqiqə ərzində közərdilir, sonra eksikatora soyudularaq tərəzidə çəkilir.

5.16.5. Nəticələrin təhlili

5.16.5.1. Quru qalıqın kütlə qatılığı, (q.q.) mq/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$q.q. = \frac{(a - a_1) \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – qurudulmuş qalıqla birgə kasanın kütləsi, qram;
 a_1 – boş kasanın kütləsi, qram;
 V – buxarlandırmaq üçün götürülən suyun həcmi, sm^3 .

5.16.5.2. Közərdilmiş qalıqın kütlə qatılığı (k.q.) mq/dm^3 bu düsturla hesablanır:

$$K.q. = \frac{(K - a_1) \cdot 1000}{V}$$

Burada:

K – közərdilmiş qalıq ilə birgə kasanın kütləsi, qr;
 a_1 – boş kasanın kütləsi, qr;
 V – buxarlandırmaq üçün götürülən suyun həcmi, sm^3 .

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təcrübənin nəticəsinin orta riyazi qiyməti götürülür ki. bunlar arasındakı fərq 10%-dən çox olmamalıdır.

5.17. Suda sulfatların təyin edilməsi üzrə metodika

5.17.1. Mahiyyəti və təyinatı

Metodika $1 dm^3$ nümunənin analizində kütlə qatılığı $50 mq/dm^3$ -dan çox olan sulfat iolarının təyin edilməsi üçündür. Nümunənin həcmi artırmaqla qatılığın sərhəddini azaltmaq və analizin həssaslığını artırmaq olar.

Bu üsul sulfat ionlarının qatılaştırılması və çıxarılmasına bu ionların K-ortanil və ya nitromazo indiqatorundan və barium duzları məhlulundan istifadə etməklə titrimetrik təyin edilməsinə əsaslanır.

Təyinatın nisbi xətası $\pm 5\%$ -dir. Analizin müddəti 1,5 saatdır.

Analiz suyundakı natrium duzlarının $0,1 mq$ -dan çox olması, həmçinin kalium və ammonium duzlarının olması indiqatorun rəng keçidinin qeyd edilməsinə mane olur. Bu qarışıqların təsiri analizin gedisində ionmübadilə qətranından su keçirməklə və nümunəni buxarlandırmaqla aradan qaldırılır. Fosfatlar, xloridlər, maqnezium, nitratlar və digər bir sıra qarışıqlar analizə mane olmur.

5.17.2. Qablar və reaktivlər

- Üstü örtülü elektrik qızdırıcısı, DÜİST 306-76
- Ölçü kolbaları, icra 1, 2, d.s.2. həcm 25,50 sm³ DÜİST 1770-74
- Pipetlər, icra 2 və ya 6, d.s.2, həcm 10 sm³, DÜİST 20292-74,
- Silindr, icra 1, həcm 25 sm³ DÜİST 1770-74,
- Konusvarı, yumrudibli kolba, tip Kn, icra 1, həcm 250 sm³, DÜİST 25336-82,
- Xromatoqrafik kolonka (hünd. 400 mm, diametri 10 mm) və ya bütetka, icra 1, həcm 100 sm³, DÜİST 1770-74,
- Anionit AB-17-8, DÜİST 20301-74,
- BaCl₂ (2H₂O, DÜİST 4108-72, «k.t») (0,1 n) və ya Ba(NO₃)₂ DÜİST 3777-76, «k.t»),
- NH₄CO₃, DÜİST 3770-75, «a.ü.t») 6 %-li məhlul,
- NaOH, DÜİST 4328-77, «a.ü.t»), 1 n məhlul,
- Aseton, DÜİST 2603-71, «a.ü.t») və ya etil spirti DÜİST 18300-72,
- HCl turşusu, DÜİST 3118-77, «k.t»),
- Xloroform, TŞ 6-09-4263-76,
- Heksametilentetramin (urotropin), TŞ 6-09-353-74, 2%-li məhlul,
- İndiqatorlar: nitromazo MRTU 6-09-07564-75, «a.ü.t») və ya K-ortanil TŞ 6-09-05-587-76, «a.ü.t».

5.17.3. Reagentlərin hazırlanması

Reaktiv məhlulların hazırlanması və nümunə, standart məhlulların durulaşdırılması üçün distillə sudan istifadə edilir.

İndiqator məhlulu. 0,2 qram nitromazo və ya K-ortanil tozu 100 sm³ distillə suyun-da həll edilir.

Urotropin məhlulu, 2%-li. 0,2 qram urotropin 100 sm³ ölçü kolbasında azacıq miqdarda distillə suyunda həll edilir və diqqətlə qarışdırılır. Distillə suyu ilə kolba xəttə qədər doldurulur.

Hazır məhlul xlorid turşusu ilə pH 5-dək turşulaşdırılır.

5.17.4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Su nümunəsi təmiz yuyulmuş quru şüşə qaba götürülür. 1 dm³ suya 2-4 sm³ xloroform tökməklə nümunə saxlanıla bilər və ya nümunəni 3-4°C-dək soyudurlar, belə hallarda nümunə bir sutka ərzində analiz edilə bilər.

1 dm³-də 50-dən 100 mkq-a qədər sulfat-ion olan sulfatları təyin etmək üçün analizə 1 dm³ su götürülür. Sulfat ionları miqdarı

az olduqda su nümunəsinin həcmi artırılır. Su nümunəsi aşağıdakı qaydada hazırlanmış AB-17 anioniti doldurulmuş kolonkadan buraxılır:

100-200 qram AB-17 anioniti stəkanda 15-20 dəfə 1 mol/dm³ qatılıqlı natrium-hidroksid məhlulu ilə, sonra 10 dəfə 6%-li (NH₄)₂CO₃ məhlulu ilə yuyurlar. Sonra kolonkaya anionit yükləyib, yenə yuyurlar; 150-200 sm³ (NH₄)₂CO₃ məhlulu ilə 30-35 sm³/dəq sürətlə və 1,2-2,0 sm³/dəq sürətlə 100 sm³ (NH₄)₂CO₃ məhlulu ilə buraxılır.

Qətranın tam yuyulmasını, məhlulun axırncı 25 sm³-ni analiz edərək yoxlayırlar. 0,01 mol/dm³ qatılıqlı BaCl₂ məhlulu əlavə etdikdən sonra indikatorun rəngi dəyişirsə yuma dayandırılır. Kolonka 200-300 sm³ distillə suyu ilə yuyulur. 10-15 analizdən sonra kolonkanın təmizliyinə nəzarət edirlər. Nəticələr qənaətbəxş olmadıq da kolonkanı yenidən yuyurlar.

5.17.5. Analizin aparılması

Su nümunəsi 30-35 sm³/dəq sürətlə hazırlanmış kolonkadan buraxılır, sonra kolonkanı 50 sm³ su ilə yuyurlar. Sulfat ionlarını 1,5-2 sm³/dəq sürətlə (NH₄)₂CO₃ məhlulu ilə kolonkadan desorbsiya edirlər, məhlulu 50 sm³ ölçü kolbasına toplayırlar (cizgiyə qədər). Kolonkanı 200 sm³ su ilə 35 sm³/dəqiqə sürətlə yuyub, onu növbəti təcrübəyə hazırlayırlar.

Ölçü kolbasındakı məhlulu 150 sm³ konusvarı kolbaya keçirib, (NH₄)₂CO₃-ü parçalamaq üçün 3 sm³ qalanadək buxarlandırırlar, soyutduqdan sonra üzərinə 7 sm³ distillə suyu əlavə edirlər. 10 sm³ məhlulə 40 sm³ aseton, 3-5 damcı indikator məhlulu, 2 damcı qatı (sıxlıq - 1,19 q/sm³) HCl turşusu, 0,5 sm³ 2%-li urotropin məhlulu (pH=5) əlavə edirlər.

Reagentlərin hər bir hissəsi əlavə edildikdən sonra kolbada məhlulu qarışdırırlar.

Kolbanın içindəki məhlulu 0,01 mol/dm³ qatılıqlı barium duzları məhlulu ilə 1-2 dəqiqə müddətində itən yasəmən rəngdən göy rəngə keçənədək titrləyirlər. Sınaq nəzarət təcrübəsi üçün 1 dm³ distillə suyundan istifadə edilir və analizin bütün mərhələləri həyata keçirilir.

Aseton əvəzinə etanoldan istifadə etdikdə indikatorun rənginin dəyişməsi hiss edilmir.

5.17.6. Nəticələrin təhlili

Analiz suyunda sulfat ionlarının kütlə qatılığı (X) mkq/dm³, bu düstura əsasən təyin edilir:

$$X = \frac{a \cdot c \cdot k \cdot 48 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – analiz suyunun titrlənməsinə sərf olunan 0,01 mol/dm³ qatılıqlı barium duzları məhlulunun həcmi, sm³;

c – barium duzları məhlulunun nominal qatılığı;

k – nominal qatılığa düzəliş əmsali;

48 – sulfat ionunun ekvivalent kütləsi;

V – analiz suyunun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təcrübənin nəticəsinin orta riyazi qiyməti götürülür, bu nəticələr arasındakı xəta 5 %-dən çox olmur.

5.18. Suda sulfitlərin təyin edilməsi üzrə metodika

5.18.1. Mahiyyəti və təyinatı

Bu metodika suda sulfitlərin yodomerik üsulla təyin edilməsinə əsaslanır. Sulfitlər yod ilə reaksiyaya girir, artığı isə (Na₂S₂O₃) natrium tiosulfat ilə titrlənir. İndiqator kimi nişasta götürülür.

Təyin etmə həddi - 1 dm³-da 300 mkq sulfid ionlarıdır. Bu üsulun nisbi səhvi ±10% -dir. Analizin müddəti - 20 dəqiqədir.

5.18.2. Qablar, reaktivlər

- Kolba tipi Kn, icra 1, həcmi 250,500 sm³, DÜİST 25336-82,
- Pipetlər, icra 1, həcmi 2, 10, 100, sm³, DÜİST 20292-74,
- Büret, icra 1, həcmi 10 sm³, DÜİST 20292-74,
- KC, DÜİST 4232-74,
- Yod, metallik DÜİST 4159-64, «k.t» və ya fiksonal MRTU 6-09-2540-72, 0,01 n. məhlul.
- Na₂S₂O₃ (5 H₂O, 0,01 n. məhlul. 75,
- H₂SO₄, DÜİST 4204-77, «k.t» 1:3 nisbətində durulaşdırılmış,
- Suda həll olan nişasta, DÜİST 10163-76, 1 %-li məhlul.

5.18. 3. Analizin aparılması

300 sm³-lik konusvarı kolbaya pipet ilə 10 sm³ 0,01 mol/dm³ metallik kalium yodiddə məhlulunu və müəyyən ölçülmüş həcmdə analiz olunan su tökülür. Sulfitin kütlə qatılığı 50 mq/dm³-dan az olduqda 100 sm³ analiz suyu götürürlər. Nümunə kolbaya tökülür və qarışdırılır. 2-3 dəqiqədən sonra kolbaya 2 sm³ sulfat turşusu töküb qarışdırırlar və 0,01 mol/dm³ tiosulfat məhlulu ilə ayrılan yodu titrləyirlər, indiqator kimi nişasta götürülür. Eyni zamanda 100 sm³ distillə suyuna 10 sm³ yod məhlulu və 2 sm³ H₂SO₄ məhlulu əlavə edib titrləyirlər.

5.18. 4. Nəticələrin təhlili

Sulfitin kütlə qatılığı (X), mq/dm³, bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{(a - a_1) \cdot c \cdot \kappa \cdot 63 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a və *a*₁ – titrləməyə sərf olunan 0,01 mol/dm³ qatılığa malik natrium tiosulfat (Na₂S₂O₃) məhlulunun həcmi, sm³;

c – Na₂S₂O₃ məhlulunun nominal qatılığı, 0,01 mol/dm³;

k – natrium tiosulfatın nominal qatılığına düzəliş əmsali;

63 – Na₂S₂O₃ ekvivalent kütləsi;

V – analiz suyunun həcmi

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təcrübənin nəticəsinin riyazi qiyməti orta götürülür ki, bu nəticələr arasındakı xəta (10 % nisbi xətdən çox olmamalıdır.

5.19. Suda nitratların fotokolorimetrik metodla təyin edilməsi üzrə metodika

Suda nitratları-salisilat turşusu və ya sulfofenol reaktivini ilə kolorimetrik üsulla təyin edirlər.

5.19.1. Nitratların salisilat turşusu ilə təyin edilməsi

5.19.1.1. Mahiyyəti və təyinatı. Metodika - nitratların 1 m³ suda qatılığı 10 mkq-dan 20 mq-dək olduqda təyin etmək üçündür. Bu üsul sulfat turşusunun iştirakı ilə nitratların salisilat turşusu ilə

qarşılıqlı təsiri nəticəsində əmələ gəlmiş intensiv sarı rəngli nitrosalisilat turşusu məhlulunun kolorimetrlə ölçülməsinə əsaslanır. Üsulun təyin etmə həddi nümunədə 5 mq nitrat ionuna qədərdir.

Nitratların təyininə nümunədə 200 mq/dm³ –dan çox xlorid və 2,5 mq/dm³ çox nitritlərin olması maneçilik törədir. Nümunədə asılıqlar, üzvi maddələrin yaratdığı bulanıq və rəng olduqda, nümunə analizdən qabaq xüsusi olaraq hazırlanır.

Analiz müddəti nümunənin həcmindən asılı olaraq 1-3 saatdır.

5.19.1.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- FotokolorimetrKFK.
- Bağlı qızdırıcısı olan elektrik plitəsi.
- Su hamamı.
- Kolbalar, həcm 50,250,1000 sm³ d.s. 1, DÜİST 1770-74.
- Pipetlər, həcm 10,20,100 sm³ d.s. 1, DÜİST 20292-74.
- Çini kasalar, №5, DÜİST 9147-80.
- Salisilat turşusu (0-oksibenzoy), DÜİST 5844-51, «a.ü.t.»
- Natrium-salisilat, DÜİST 17628-72, «t»
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «k.t.»
- Ammonyak, DÜİST 3760-79, «a.ü.t.» 25%-li məhlul.
- Gümüş –sulfat, TU 6-09-3703-74, «k.t.» 0,5%-li məhlul.
- Al₂(SO₄)₃ (18 H₂O, DÜİST 3758-75, «k.t.» 15 %-li məhlul.
- Xloroform, DÜİST 20015-74.
- Peroksid (perhidrol), DÜİST 10929-76, , 30 %-li məhlul.
- Kalium-nitrat, DÜİST 4217-77, «k.t.»
- Universal indiqator kağızı.

5.19.1.3. Reagentlərin hazırlanması. Reaktiv məhlullarının hazırlanması, nümunə və standart məhlulların durulaşdırılması üçün distillə sudan istifadə edilir.

5.19.1.3.1. *Salisilat məhlulu.* 1dm³ distillə suda 10 qram natrium-salisilat və1 qram salisilat turşusu həll edilir.

5.19.1.3.2. *Standart KNO₃ məhlulu.* 100 mq/dm³ qatılıqlı standart A məhlulu hazırlanır. 1 dm³ ölçü kolbasında, əvvəlcədən 105°C-də qurudulmuş və sabit çəkiyə gətirilmiş az miqdarı duzsuzlaşdırılmış suda 0,163 qram KNO₃ həll edilir. Mayenin həcmi 1 dm³-ə çatdırılıb, ehməlcə qarışdırılır. A məhlulunu 100 dəfə durulaşdırmaqla 1 mq/dm³ kütlə qatılığda B məhlulu hazırlanır.

5.19.1.4. Qrafikin qurulması.

İki qrafik qurulur:

Biri A məhlulundan 25-dən 1000 mkq-dək qrafik 1.

İkinci B məhlulundan 0-dan 25 mkq-dək qrafik 2.

Çini kasaya 0,5; 1;2;5 və 10 sm³ A standart məhlulu töküb, həcmi kimyəvi duzsuzlaşdırılmış laboratoriya suyu ilə 10-15 sm³-dək çatdırırlar. Kasalardan birinə, sınaq təcrübəsi üçün yalnız distillə suyu tökürlər. Kasaya 1 sm³ salisilat reaktivi əlavə edib, onu su hamamında quruyanaqədək buxarlandırırlar. Təyinatın davamını 5.19.1. bəndinə uyğun aparırlar.

Ölçmələrin nəticəsinə görə, absis oxunda nümunədə olan nitrat ionların kütləsi, mkq-la, ordinat oxunda isə cihazın göstəricisini qeyd etməklə 2 qrafik qururlar.

5.19.1.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq. Su nümunəsi təmiz yuyulmuş quru şüşə qabla götürülüb, tıxacla kip bağlanılır. Analiz nümunə götürülən gün və ya 3-4°C temperaturda soyuducuda saxlamaqla bir sutka ərzində aparılır. Soyuducu əvəzinə 1 dm³ nümunəyə 1 sm³ qatı sulfat turşusu və ya 2 - 4 sm³ xloroform tökməklə konservləşdirmək olar. Analiz nümunəsi 20-250 sm³ götürülür ki, onda nitrat ionlarının miqdarı 1000 mkq-dan çox olmasın.

5.19.1.6. Analizin aparılması.

5.19.1.6.1. Əgər suda nitratların təyininə mane olan maddələr yoxdursa, onda nümunəni çini kasaya töküb üzərinə 1 sm³ salisilat məhlulu əlavə edib su hamamında kasanı nümunə quruyanaqədək qızdırırlar.

Soyutduqdan sonra kasadakı quru qalığın üzərinə 1 sm³ qatı sulfat turşusu töküb, şüşə çubuqla çöküntünü turşuda həll edirlər.

10 dəqiqədən sonra kasanın içindəkini üzərinə 5-7 sm³ distillə su 10 sm³ 25%-li ammoniyak məhlulu əlavə edirlər və şüşə çubuqla mayeni yaxşı qarışdırırlar. Bundan sonra maye kəskin yenə ammoniyak iyinə malik olmalıdır, əks halda ammoniyak əlavə edilir.

Kasanın içindəkini 50 sm³ ölçü kolbasına keçirib, xəttə qədər disillə suyu ilə doldurub qarışdırır və rəngli məhlulu 410 nm dalğa uzunluğunda, uducu səthin qalınlığı 10-50 mm olan küvetdə kolorimetrləyirlər. Müqayisə üçün distillə suyu götürürlər.

Sınaq təcrübəsi üçün 10-15 sm³ distillə suyundan istifadə edirlər.

Analiz nümunəsindəki nitratların kütləsi qrafikə görə tapılır.

5.19.1.6.2. *Nəticələrin təhlili.* Suda nitratların kütlə qatılığı (X), mkq/dm^3 bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – nümunədəki nitrat-ionlarının kütləsi, mkq ;

V – analizə götürülən nümunənin həcmi, sm^3 .

5.19.1.6.3. Əgər analiz edilən suda $2,5 \text{ mq/dm}^3$ -dən çox nitritlər olarsa, onda nümunəni buxarlandırdıqda kasaya 30%-li hidrogen – peroksid məhlulundan 1-2 damcı tökürlər. Bu halda nitratların kütlə qatılığı (X_1) mkq/dm^3 bu düsturla hesablanır:

$$X_1 = \frac{a \cdot 1000}{V} - 1,35B$$

Burada:

a – nümunədəki nitrat-ionlarının kütləsi, mkq ;

V – analizə götürülən nümunənin həcmi, sm^3 ;

B – analiz suyundakı nitrat ionlarının kütlə qatılığı, mkq/dm^3

5.19.1.6.4. Əgər tərkibində 200 mq/dm^3 -dən çox xlor ionu olan analiz olunan su bulanıqdırsa və ya üzvi maddələr olduğuna görə rəngə boyanıbsa, onda nümunəni əvvəlcə təmizləyirlər, belə ki, suyun tərkibində olan xlor ionları AgNO_3 ilə, üzvi maddələr isə $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ilə çökdürülür. Bunun üçün stəkana 100 sm^3 analiz suyu götürüb, damcı ilə 0,5% AgNO_3 -ü bulanıq və çöküntünün əmələ gəlməsi qurtaranadək əlavə edirlər. Sonra $1,5 \text{ sm}^3$ 15%-li $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ məhlulu əlavə edilir, yaxşı qarışdırılır, $\text{pH}=5-6,5$ olanadək damcı-damcı ammoniyak məhlulu tökülür.

Çöküntünü süzğəcdən keçirib, iki dəfə süzğəc kağızında kimyəvi duzsuzlaşmış su ilə yuyurlar, filtirat və yuyuntu sularını $200-250 \text{ sm}^3$ -lik ölçü kolbasına toplayırlar. Xəttə qədər kimyəvi duzsuzlaşdırılmış su ilə doldururlar. Analizə elə həcm götürülür ki, nümunədə nitrat-ionlarının kütləsi 1000 mkq -dan çox olmasın və analiz nümunəsi çini kasaya tökülür. Sonra analiz 5.19.1.6.1. bəndi üzrə aparılır.

5.19.1.6.4.1. *Nəticələrin təhlili.* Analiz suyunda nitratların kütlə qatılığı (X_1) mkq/dm^3 , aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$X_1 = \frac{a_1 \cdot b \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- a_1 – analiz üçün götürülmüş duzsuzlaşdırılmış nümunənin həcmində olan nitrat ionlarının kütləsi, mkq;
 b – durulaşdırma dərəcəsi;
 V – analizə götürülən durulaşdırılmış nümunənin həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təyinatın orta hesabı qiyməti götürülür. Aradakı fərq 20%-dən çox olmamalıdır.

5.19.2. Nitratların sulfofenol reaktivini ilə təyini

Metodika-qidalandırıcı suda kütlə qatılığı 10 mkq/dm³ və çox olan nitrat ionlarını təyin etmək üçündür.

Metod sulfofenol reaktivini ilə sarı rəngə boyanmış nitrat turşusunun kolorimetrlə ölçülməsinə əsaslanır.

Fenolun sulfat turşusu ilə qarşılıqlı təsirdən orto- və para-fenolsulfat alınır. Sulfofenol reaktivini ilə qarışdırıldıqda nitrat turşusuna çevrilən nitratların təsiri altında nitronium ionu əmələ gəlir və fenolsulfata turşularla qarşılıqlı təsirdə olur. Qələvi mühidə əmələ gələn nitrobirləşmələr sarı rəngli məhlul verir, optik sıxlığı fotokolorimetrdə ölçülür.

Metodun təyin edilmə həddi nümunədə 5 mkq nitrat ionudur.

Təyinatın xətası – 20%-dir.

Təyinatın müddəti 1-3 saatdır.

Nitratların təyininə nümunədə qatılığı 200 mq/dm³-dən çox olan xloridlər maneçilik törədir.

5.19.3. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- FotoelektrokolorimetrKFK
- Bağılı qızdırıcısı olan elektrik qızdırıcısı DÜİST 306-76.
- Su hamamı.
- Yumrudibli kolba K -1-500-29/52 QS, K-1-200-29/32 QS DÜİST 25336-82.
- Düz borulu soyuducu, XPT 400 29/32, DÜİST 25336-82.
- Kolba, icra 6, d.s.2, həcm 25,100,1000 sm³, DÜİST 1770-74.
- Pipetlər, icra 5, həcm 2, 10 sm³, d.s.1, DÜİST 20292-74.
- Konusvarı kolbalar, tip KH-500-29/32 QS, DÜİST 25336-82.

- Buxarlandırma üçün çini kasa № 5 və ya kvars kassa həcmi 200 sm³, DÜİST 9147-80, DÜİST 19908-74.
- Fenol sintetik, texniki, DÜİST 23519-79 və ya fenol reaktivi, DÜİST 6417-72, «a.ü.t.».
- Sulfofenol reaktivi.
- Sulfat turşusu, DÜİST 5204-77, «k.t.».
- Ammonyak, DÜİST 3760-79, «k.t.», 25 %-li suda məhlul.
- Kalium-nitrat, DÜİST 4217-77, «k.t.».
- Hidrogen-peroksid, DÜİST 10929-76, 36 %-li məhlul.

5.19.2.2. Reagentlərin hazırlanması. Reaktiv məhlullarının, standart məhlulun hazırlanması və nümunələrin durulaşdırılması üçün kimyəvi duzsuzlaşdırılmış sudan istifadə edilir.

5.19.2.2.1. Sulfofenol reaktivi. Sulfofenol reaktivini yumrudibli kolbada 200 sm³ qatı sulfat turşusunu 300 qram təmiz kristallik fenolla qarışdırmaqla hazırlayırlar. Kolbanı əks su soyuducusuna birləşdirirlər və qarışığı qaynayan su hamamında 6 saat saxlayırlar. Bu müddət başa çatdıqdan sonra qarışığı soyudurlar və şlifli tıxacı olan tünd şüşə qaba tökürlər.

5.19.2.2.2. Kalium-nitratın standart məhlulu. Nitrat ionlarının kütlə qatılığı 100 mq/dm³ olan ehtiyat standart məhlulu hazırlanır. Bunun üçün 1 dm³ ölçü kolbasında, əvvəlcədən 105°C-də sabit kütləyə gələnə qədər qurudulmuş 0,163 q KNO₃ həll edirlər.

Nitrat ionlarının kütlə qatılığı 100 mq/dm³ olan işçi standart məhlulu, ehtiyat məhlulu 10 dəfə durulaşdırmaqla hazırlayırlar.

5.19.2.3. Qrafikin qurulması. Bir neçə çini kasaya 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 sm³ 10 mkq/sm³ kütlə qatılığına malik işçi standart məhlul töküb, üzərinə 10 sm³ həcmə qədər distillə suyu əlavə edib, qızdırıcı plitədə quruyanadək buxarlandırırlar. Soyudulmuş qalığa 2 sm³ sulfofenol reaktivi əlavə edib, qarışığı şüşə çubuqla əzirlər. 10 dəqiqədən sonra kasaya 10 sm³ distillə suyu əlavə edib, qarışdırırlar. 10 sm³ 25%-li ammonyak məhlulu töküb, yenidən qarışdırırlar. Mayeni 25 sm³-lik ölçü kolbasına keçirib, distillə suyu ilə cizgiyə qədər doldururlar. Analizdə olduğu kimi optik sıxlığı ölçürlər. Ölçmənin nəticəsinə əsasən qrafik qurulur, absis oxunda nitrat ionlarının kütləsi, ordinat oxunda - optiki sıxlıq qeyd olunur.

5.19.2.4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması. Su nümunəsini təmiz yuyulmuş quru şüşə qabda götürüb, tıxacı kip bağlayırlar. Analiz nümunə götürülən gün və ya 3-4^o C temperatur-

da soyuducuda saxlamaqla bir sutkadan sonra aparıla bilər. Nümunəni soyutmaq əvəzinə qatı sulfat turşusu (1 dm³ nümunəyə 1 sm³) əlavə etməklə saxlamaq olar. Analiz üçün 250 sm³ nümunə götürülür.

5.19.2.5. Analizin aparılması. Çini kasaya 250 sm³ analiz edilən su töküb, qızdırıcıda quruyanaqəd buxarlandırırlar. Soyudulmuş qalığa 2 sm³ sulfofenol reaktivi əlavə edib qarışığı şüşə çubuqla ehməlcə qarışdırırlar. 10 dəqiqədən sonra kasaya 10 sm³ distillə suyu əlavə edib, yaxşıca qarışdırırlar və üzərinə 10 sm³ 25%-li ammonyak töküb yenidən qarışdırırlar.

Sarı rəngə boyanmış maye tamamilə 25 sm³-lik ölçü kolbasına keçirilib, distillə suyu ilə xəttə qədər doldurulur və sınaq təcrübəsinə görə 430 nm dalğa uzunluğunda uducu təbəqənin qalınlıqlı 50 mm olan küvetdə optiki sıxlığı ölçülür. Sınaq təcrübəsi üçün analizin bütün mərhələlərindən keçirilmiş 10-15 sm³ distillə suyundan istifadə edilir. Belə ki, analiz edilən suda nitrat-ionlarının qatılığı azdırsa, ölçülmüş optiki sıxlıq aşağı qiymətə malikdirsə, onda cihazın həssaslığını artırmaq üçün «nümunənin yerinin dəyişdirilməsi» üsulu tətbiq edilir. Bunun üçün sol tərəfdə yerləşən işıq qarşısında sınaq məhlulu olan küvet, sağ işıq axının qarşısında isə içərisində analiz məhlulu olan küvet qoyulur.

Lazımı işıq filtri qoyulur, diafraqma yarığı tam açılır və fotometrik klinlərlə qalvanometrin əqrəbi şkalanın sıfır bölgüsünə qoyulur. Sonra məhlulların yeri dəyişdirilir: sol işıq axınının qarşısına analiz məhlulu olan küvet, sağ işıq axınının qarşısına isə sınaq məhlulu olan küvet qoyulur. Sol ölçü barabanını fırlatmaqla diafraqma yarığı azaldılır və qalvanometrin əqrəbi yenidən sıfıra qoyulur (dairəvi fotometrin klinlərinin vəziyyəti dəyişmədən).

Optiki sıxlığın ölçülməsi sol barabana görə aparılır. Analiz suyundakı nitrat ionlarının kütləsi (mkq), qrafikə əsasən tapılır.

5.19.2.6. Nəticələrin təhlili. Analiz suyunda nitrat-ionlarının kütlə qatılığı (X) mkq/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- a* – qrafikdən tapılan nitrat-ionlarının kütləsi, mkq;
- V* – analiz üçün götürülən nümunənin həcmi, sm³.

Əgər analiz edilən suda $2,5 \text{ mq/dm}^3$ -dan və çox nitritlər varsa, onda buxarlandırma vaxtı kasaya 1-2 damcı 30%-li hidrogen-peroksid əlavə edirlər.

Bu halda nitratların kütlə qatılığı (X_1) mkq/dm^3 aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$X_1 = \frac{a \cdot 1000}{V} - 1,35B$$

Burada:

a – grafikdən tapılan nitrat-ionlarının kütləsi, mkq ;

V – analiz nümunəsinin həcmi, sm^3 ;

B – analiz suyundakı nitrat-ionlarının kütlə qatılığı mkq/dm^3 .

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təcrübənin orta riyazi qiyməti götürülür. Analizin nəticələri arasındakı nisbi fərq 20%-dən çox olmamalıdır.

5.20. Suda asılqan halında olan maddələrin təyin edilməsi üzrə metodika

5.20.1. Üsulun mahiyyəti

Bu üsul ölçülmüş həcmə malik qarışdırılmış nümunədəki bütün asılqan şəklində olan maddələrin filtirdə ayrılması və 105°C –də sabit çəkiyə gələndək qurudulduqdan sonra onların çəkilməsindən ibarətdir.

5.20.2. Cihazlar, materiallar, qablar

- Analitik tərəzilər, sinif-2, DÜİST 2401-80.
- Avtomatik tənzimləyicili quruducu şkaflar (105°C).
- Külsüz kağız filtrlər, MRTU 6-09-2678-77, «qırmızı lent».
- Bükslər, tip CB və ya CH, DÜİST 25336-82.
- Şüşə qıflar, tip B, DÜİST 25336-82.
- Eksikatorlar, icra 2, DÜİST 25336-82.
- Ölçü silindrləri, icra 1, 500, 1000 sm^3 , DÜİST 1770-74.

5.20.3. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Nümunə götürülən qaba 500 sm^3 (asılqanlar 50 mq/dm^3 -dan çox olduqda) və ya 1000 sm^3 (miqdar az olduqda) su nümunəsi

götürülür. Nümunə saxlanılmır, bir sutkaya analiz edilir. Qıfın konusu formasında bükülmüş ikiqat filtr kağızı büksə yerləşdirilir və 105°C-də quruducu şkafda sabit çəkiyə gələnə qədər qurudulur.

Filtr kağızı ilə birgə büksü qurutduqda, şkafa büksün qapağı da qoyulur, eksiqatorda soyuduqdan sonra ağzı qapaqla bağlı büks filtr kağızı ilə birlikdə çəkilir.

5.20.4. Analizin aparılması

Hazırlanmış filtr kağızları büksdə distillə suyu ilə isladılıb qıfa qoyulur. Ölçülmüş həcmdə analiz olunan su nümunəsi filtirdən süzülür. Filtiratin ilk porsiyası yenidən filtrə qaytarılır. Nümunə götürülən şüşə qabda qalan maye çöküntüsünü filtirdən keçəndən sonra alınan filtratla yuyub, yenidən filtr kağızından keçirilir. Çöküntü keçirildikdən sonra nəm filtr kağızlarını əvvəlki büksə yerləşdirib 105°C-də sabit çəkiyə gələnə qədər qurudurlar.

5.20.5. Nəticələrin təhlili

Asılqan maddələrin kütlə qatılığı (X), mq/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{(a - a_1) \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – filtr kağızı və çöküntü ilə birgə büksün çəkisi, qram;

a_1 – filtr kağızı ilə birgə büksün küləsi, qram;

V – analiz üçün götürülən suyun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təcrübənin orta hesabi qiyməti götürülür, nəticələr arasındakı fərq nisbəti 10%-dən çox olmamalıdır.

5.21. Suyun xüsusi elektrikkeçiriciliyinin təyin edilməsi üzrə metodika

5.21.1. Üsulun mahiyyəti

Xüsusi elektrik keçiriciliyi - aralarındakı məsafə 1 sm en kəşiyinin sahəsi 1 sm² olan iki elektrod arasında yerləşən məhlulun elektrik müqavimətinin əks qiymətidir.

Xüsusi elektrik keçiriciliyi - qeyri-üzvi elektrolitlərin qatılığının təxmini göstəricisidir, onun təyinatının nəticəsi mk. sm. om⁻¹ ilə ifadə edilir (mikrosimens mk m⁻¹).

Üsulun əsasını məhlulda elektrolitlərin kationa və aniona dissosiasiya etmək xüsusiyyəti təşkil edir. Xüsusi elektrik keçiriciliyi məhlulun temperaturundan asılıdır (temperaturun 1°C dəyişməsi, təyin edilən kəmiyyətin ± 2% dəyişməsinə səbəb olur). Temperatur məlum olduqda isə onun tərkibindən və müxtəlif kation və anionların hərəkətindən asılıdır.

Analiz müddəti 20 dəqiqədir.

Analiz edilən suyun elektrik keçiriciliyi ammonium, kalium, maqnezium, kalsium, natrium, hidrogen kationlarına və hidrosilikat, nitrit, nitrat, bikarbonat, karbonat, hidrosulfid, sulfid, sulfat, xlor anionlarına dissosiasiya edən elektrolitlərlə bağlıdır.

Üzvi maddələr (neftməhsulları, fenollar və başqaları) tamamilə az dissosiasiya etdiklərinə görə elektrik keçiriciliyinə zəif təsir edir. Üzvi turşu və əsasların suda məhlulu kifayət qədər yüksək elektrik keçiriciliyinə malikdir.

5.21.2. Cihazlar, qablar və reaktivlər

- Elektrik keçiriciliyini ölçmək üçün cihaz 50-dən 100,000 Om-a qədər konduktometrələr tip MK 34-04, OK-102, MK-563, «İmpuls».
- Su termostatı və ya su hamamı (20°C)
- Termometr TH-3, ölçmə həddi 0-60°C, DÜİST 400-80.
- Şüşə stəkanlar, tip B və ya H, icra 1, həcm 100 sm³ DÜİST 25336-82.
- Kolbalar, icra 2, həcm 100, 1000 sm³ DÜİST 1770-74.
- Pipetlər, icra 6, həcm 5 və ya 10 sm³, DÜİST 20292-74.
- KCl, DÜİST 4234-77, «a.ü.t.» və ya fiksanal TŞ 6-09-2540-72, 0,1 n qatılıqlı məhlul.

5.21.3. Reagentlərin hazırlanması

Məhlulları hazırlamaq üçün karbon qazından azad edilmiş distillə suyundan istifadə edilir.

5.21.3.1. Suyun karbon qazından azad edilməsi. Lazımı miqdarda suyu iki deşiyi olan rezin tıxaçlı kolbaya tökülür: bir deşiyinə P-şəkilli boru qoyub, karbonat turşusu uducusu (patronlu əhəng və ya askarit) birləşdirirlər, digər ucuna sifon qoyurlar, sifonun bir ucu kolbanın dibinə çatır, ikincisi isə sıxaca malikdir. Sıxacı sıxmadan CO₂-ni çıxartmaq üçün suyu 15 dəqiqə qızdırırlar.

5.21.3.2. 0,01 n qatılıqda KCl məhlulu. 0,7456 qram 1050C-də qurudulmuş KCl suda həll edilir və 200C-də kolba xəttə qədər (1 dm³) doldurulur. 0,01 mol/dm³ KCl məhlulu, fiksaldan hazırlanan 0,1 mol/dm³ məhlulu 10 dəfə durulaşdırmaqla hazırlamaq olar. Bu məhlulun xüsusi keçiriciliyi 200C-də 1278 mkom-1 sm-1-ə bərabərdir.

5.21.4. Nümunələrin götürülməsi və analizə hazırlıq

Su nümunəsini təmiz yuyulmuş quru polietilen qaba götürürlər. Nümunə saxlanılmır və analiz bir sutkadan gec olmayaraq aparılır. Analiz üçün 300 sm³ həcm nümunə lazımdır.

Cihazın işi və hazırlanması onun təlimatına uyğun aparılır.

Konduktometr platin elektrodlu ölçü özəklərindən və kompensasiyalı körpü sxemli göstərici blokdan ibarətdir.

Xüsusi elektrik keçiriciliyini təyin etmək üçün məhlulun müqavimət kəmiyyətini R ölçülər və bu düsturla hesablayırlar.

$$R = K \cdot W$$

Burada:

- *elektrodların sahəsindən və onların arasındakı məsafədən, həmçinin cərəyan keçirən məhlulun həcmindən və qabın formasından aslı olan qab sabiti (sm⁻¹);*

- *məhlulun $\frac{1}{R}$ -ə bərabər olan elektrik keçiriciliyi.*

Elektrolitik özəklərə qoyulan əsas tələblər qabın konstant sabitidir, buna görə də əvvəlcədən 20^oC-də təzə hazırlanmış 0,01 mol/dm³ standart kalium xlorid məhlulunun müqavimətini ölçərək onu yoxlayırlar. Standart məhlulu 10 qaba tökərək hər birində məhlulun müqaviməti ölçülür.

Alınmış göstəricilər əsasında qabın sabiti aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$K = 1278 \cdot R \cdot 10^{-1}$$

Burada:

K – qabın sabiti,

R – ölçülmüş müqavimətin orta qiyməti;

1278 – standart məhlulun xüsusi elektrik keçiriciliyi.

Elektrik keçiriciliyini ölçmək üçün sabiti 0,8-1,5 həddində olan qabdan istifadə olunur; yüksək miqdarı təyin etdikdə qabın sabiti 10 həddən aşağı qatılıqda isə 0,1 sabitə malik olan qab istifadə edirlər.

Platin qarası ilə örtülmüş elektrodlu qabın sabiti hər 200 ölçmədən bir, ancaq ayda ən azı bir dəfə olmaqla, parlaq elektrodlu qabın sabiti isə 500 ölçmədən sonra, ancaq ildə ən azı iki dəfə olmaqla yoxlanır. Əgər bu zaman sabit standart məhlulun elektrik keçiriciliyinə müvafiq deyilsə, onda kalibrəlmə yenidən aparılır.

Məhlulun yeni porsiyalarının ölçülməsini $\pm 3\%$ həddində fərqli olan uyğun nəticələr alınanaqədək təkrar edirlər.

Qeyri-kafi nəticələr alındıqda elektrodların səthində olan platin təbəqəsi həll edilir və yenisi ilə əvəz olunur və qabın sabiti yenidən ölçülür.

Çox çirklə elektrodları 0,1 mol/dm³ xlorid turşusuna salıb, axar suda yuyurlar, sonra isə 2-3 dəfə kimyəvi duzsuz su ilə yuyurlar. Üzvi maddələrin qarışıqları platin elektrodlar çirkləndirə bilər, bu halda onları həlledicidə yuyurlar və ya parlaq səthli elektrodlardan istifadə edirlər. Analizlər arası fasilələrdə elektrodları kimyəvi duzsuzlaşmış su ilə dolu yuvalarda saxlayırlar.

5.21.5. Analizin aparılması

Su nümunəsi 2 və ya 3 qaba tökülür, 20°C-də termostata qoyulur, nümunənin temperaturu 0,1°C dəqiqliklə ölçülüb cədvəl 5.7-ə görə düzəlişi edilir.

Elektrik keçiriciliyinin (f) seçilməsində temperaturun dəyişməsi

Cədvəl 5.7.

150

°C	1,0	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5	1,6	1,7	1,8	1,9
1	1,706	1,700	1,694	1,687	1,681	1,674	1,668	1,661	1,655	1,648
2	1,642	1,636	1,630	1,624	1,618	1,612	1,606	1,600	1,594	1,588
3	1,582	1,576	1,570	1,565	1,559	1,554	1,548	1,543	1,538	1,532
4	1,527	1,521	1,516	1,511	1,505	1,500	1,495	1,490	1,485	1,480
5	1,475	1,470	1,465	1,460	1,455	1,450	1,445	1,441	1,436	1,433
6	1,427	1,422	1,417	1,413	1,408	1,403	1,399	1,395	1,390	1,385
7	1,387	1,377	1,372	1,368	1,364	1,360	1,355	1,351	1,347	1,343
8	1,339	1,335	1,330	1,326	1,322	1,318	1,314	1,310	1,307	1,303
9	1,229	1,295	1,291	1,287	1,284	1,280	1,276	1,272	1,269	1,265
10	1,261	1,257	1,254	1,250	1,247	1,243	1,239	1,236	1,232	1,229
11	1,225	1,222	1,219	1,216	1,212	1,209	1,205	1,202	1,199	1,195
12	1,192	1,189	1,186	1,183	1,179	1,176	1,173	1,169	1,165	1,163
13	1,160	1,157	1,154	1,151	1,148	1,145	1,142	1,139	1,136	1,133
14	1,130	1,127	1,124	1,121	1,118	1,115	1,112	1,109	1,106	1,104
15	1,101	1,098	1,095	1,093	1,090	1,088	1,085	1,082	1,080	1,077
16	1,074	1,071	1,068	1,066	1,063	1,061	1,058	1,055	1,053	1,050
17	1,048	1,045	1,043	1,040	1,038	1,036	1,033	1,031	1,028	1,026
18	1,024	1,021	1,019	1,016	1,014	1,012	1,009	1,007	1,004	1,002
19	1,000	0,998	0,996	0,993	0,991	0,989	0,987	0,985	0,982	0,980
20	0,978	0,976	0,974	0,971	0,969	0,967	0,965	0,963	0,960	0,958
21	0,956	0,954	0,952	0,950	0,948	0,946	0,944	0,942	0,940	0,938
22	0,936	0,934	0,932	0,930	0,928	0,926	0,924	0,922	0,920	0,918

23	0,916	0,914	0,912	0,910	0,908	0,906	0,904	0,902	0,900	0,899
24	0,897	0,895	0,893	0,892	0,890	0,888	0,886	0,885	0,883	0,881
25	0,879	0,877	0,876	0,874	0,872	0,870	0,868	0,867	0,865	0,863
26	0,861	0,859	0,858	0,856	0,854	0,852	0,850	0,849	0,847	0,846
27	0,844	0,842	0,841	0,839	0,837	0,835	0,833	0,832	0,830	0,829
28	0,827	0,825	0,824	0,822	0,820	0,818	0,816	0,815	0,13	0,812
29	0,810	0,808	0,807	0,805	0,803	0,801	0,799	0,798	0,796	0,795
30	0,793	0,791	0,790	0,788	0,786	0,784	0,782	0,781	0,779	0,778

Ölçməyə hazırlanan elektrodlar, bir neçə dəfə analiz edilən mayeyə, birinci stəkana, sonra isə ikinci stəkana salırlar. Bu üsulla yuyulan elektrodları maye üzərindən keçdikdən sonra üçüncü qaba salıb ölçürlər.

5.21. 6. Nəticələrin hesablanması

20°C-də xüsusi elektrik keçiriciliyi (x) (maksim · om⁻¹) bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{\kappa \cdot f \cdot 1000}{R}$$

K - elektrod sabiti;

R - ölçülən müqavimət, Om;

f - temperatur düzəlişi.

Xüsusi elektrik keçiriciliyinin qiymətindən elektrolit məhlulunun qatılığına keçmək üçün cədvəl 5.7.-də verilənlərdən istifadə edilir.

5.22. Su və buxarın tərkibində dəmirin təyin edilməsi üzrə metodika

5.22.1. Mahiyyəti və təyinatı

Metodika etilen istehsalatında durulaşdırıcı buxarın alınması bölməsində buxar kondensatı, qətran suyu və üfürmə sularında dəmirin təyin edilməsi üçündür.

Metod sudakı üzvi maddələrin dietil efiri ilə əvvəlcədən ekstraksiyasına, sulfat turşusunun iştirakı ilə nümunənin buxarlandırılması və dəmir ionlarını sulfosalisilat turşusu ilə kolorimetrik təyin edilməsinə əsaslanır.

5.22.2. Qablar, cihazlar və reaktivlər

- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, «k.t».
- Sulfosalisilat turşusu, DÜİST 4478-78, «a.ü.t» 20%-li məhlul.
- Natrium-sulfosalisilat, TŞ 6-09-115-70, doymuş məhlul.
- Ammonyak, DÜİST 3760-79, «a.ü.t» 25 %-li məhlul.
- Dietil efiri, tibbi.
- Dəmir ammonium zəyi, DÜİST 4205-77.

- Trilon B, 0,1 n qatılıq.
- Natrium-persulfat, MRTU6-009-840-63, «a.ü.t».
- Fotokolorimetr.
- Üstü bağlı elektrik sobası.
- Kolba, icra 2, həcm 50, 100, 1000 d.ç.2.
- Pipetlər, icra 5, həcm 5 sm³, icra 2, həcm 100 sm³ d.ç.1, DÜİST 20-92-74.
- Ayırıcı qf, tip BD, icra 1, həcm 50-100 sm³, DÜİST 25336-82.
- Stəkanlar, tip H, icra 1, həcm 300-400 sm³, DÜİST 25336.

5.22.3. Reagentlərin hazırlanması

Reaktiv məhlullarını hazırlamaq, nümunələri, standart məhlulları durulaşdırmaq üçün distillə suyundan istifadə edilir.

5.22.3.1. Standart məhlul. 100 mq/dm³ kütlə qatılıqlı standart dəmir məhlulu hazırlanır. Bunun üçün 0,8634 qram dəmir-ammonium zəyini təmizlənmiş suda həll edib, üzərinə 1 sm³ qatı sulfat turşusu töküüb, təmizlənmiş su ilə həcmi 1 dm³-ə çatdırılaraq qarışdırırlar. Əsas məhlulun titri trilonometrik üsulla təyin edilir. Kolbaya əsas məhluldan 100 sm³ töküüb, 80°C-dək qızdırırlar, üzərinə 0,2 qram natrium və ya ammonium persulfat əlavə edib, kristal tam həll olanadək qarışdırırlar. 1 sm³ sulfosalisilat turşusu əlavə edib, isti halda olan al-qırmızı rəngli mayeni 0,1 mol/dm³ trilon B məhlulu ilə titrləyirlər. Titrleməni yavaş-yavaş, çəhrayı rəng tam yox olanadək aparırlar. Üç paralel təcrübənin orta nəticəsi götürülür.

Əsas məhlulda dəmirin kütlə qatılığı (mq/dm³) bu düsturla hesablanır:

$$M = \frac{a \cdot c \cdot \kappa \cdot 55,85 \cdot 1000}{\nu}$$

Burada:

- a* – əsas məhlulun titrlənməsinə sərf olunan trilon B, sm³;
- c* – 0,1 mol/dm³ trilon B məhlulunun nominal qatılığı;
- k* – trilon B məhlulunun nominal qatılığına düzəliş əmsalı;
- ν* – analiz üçün götürülən əsas həcm, 100 sm³;

55,85 – dəmirin ekvivalent kütləsi.

Dəmirin kütlə qatılığı 0,01 mq/sm³ olan işçi standart məhlulu əsas məhlulu 10 dəfə durulaşdırmaqla hazırlayırlar. 50 sm³ əsas məhluldan götürüb, üzərinə 5 sm³ 0,1 mol/dm³ sulfat turşusu

məhlulu əlavə edib, 500 sm³ ölçü kolbasında həcmi təmizlənmiş su ilə xəttə qədər çatdırırlar.

5.22. 4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Nümunəni təmiz quru qaba götürürlər. Nümunənin həcmi dəmirin fərz edilən kütlə qatılığından asılıdır.

Dəmirin qatılığı 200 mkq/dm³-a qədər olduqda nümunənin həcmi 250 sm³-dən az olmamalıdır. 200-dən 500 mkq/dm³ - 100 sm³, 500 mkq/dm³-dən yuxarı - 50 sm³-dir.

Analiz olunan obyektə karbohidrogen fazası olduqda, onu ayırıcı qifin köməyiylə ayırırlar və su təbəqəsini (aşağı) analiz edirlər.

5.22. 5. Qrafikin qurulması

50 sm³-lik bir neçə ölçü kolbasına 2,5; 5; 10; 15; 20; 25 sm³ standart məhlul tökülür (dəmirin kütlə qatılığı 0,01 mq/sm³) Məhlulların həcmi təmizlənmiş su ilə 30 sm³-ə çatdırılır, üzərinə 2 sm³ sulfosalisil turşusu, 5 sm³ 25%-li ammoniyak məhlulu əlavə edilir.

Kolbada səviyyə təmiz su ilə xəttə qədər çatdırılır və analizin nəticələrinə uyğun qrafik qurulur, absis oxunda nümunədə dəmirin kütləsi, ordinat oxunda-uyğun optiki sıxlıq qoyulur.

5.22. 6. Analizin aparılması

Su nümunəsi ayırıcı qıfa tökülür. Əgər suda mexaniki qarışıq varsa, su əvvəlcədən filtirdən süzülür. Qıfa 15 sm³ sulfat efiri əlavə edib, aşağı su təbəqəsini kvars kasaya və ya stəkana töküüb, üzərinə 1,5 sm³ qatı sulfat turşusu əlavə olunur və qızdırıcıda sulfat anhidridinin sıx ağ buxarla əmələ gələnədək buxarlandırırlar. Əgər maye buxarlandırdıqdan sonra rəngli olarsa, onda qızdırmanı dayandırmadan, stəkana 2-3 damcı qatı nitrat turşusu və ya bir neçə kristal KNO₃ əlavə edilir, rəngli maye rəngsiz və şəffaf olur. Nümunə 50 sm³-lik ölçü kolbasına tökülür. Kolbaya 2 sm³ sulfosalisil turşusu töküüb, sonra ammoniyakla neytrallaşdırırlar. Ammoniyak azca miqdarda (10-15 sm³) artıq tökülür ki, bu zaman məhlulun rəngi sarımtıl olur.

Kolbadakı məhlul soyuduqdan sonra onu cizgiyə qədər təmizlənmiş su ilə doldururlar, qarışdırıb 420 nm dalğa uzunluğunda, uducu təbəqənin qalınlığı 50 mm olan küvetdə kolorimetrləyirlər.

Sınaq nümunəsi kimi 20 sm³ kimyəvi duzsuzlaşdırılmış su götürülür və analizin bütün mərhələlərindən keçirilir.

Analiz olunan suda dəmirin kütləsi qrafikə əsasən tapılır.

5.22.7. Nəticələrin təhlili

Analiz olunan suda dəmirin kütlə qatılığı (X) mq/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – nümunədəki dəmirin qrafikinə əsasən tapılmış kütləsi, mq;

V – analiz üçün götürülən nümunənin həcmi, sm³.

5.23. Su və buxar axınlarında xloridlərin təyini üzrə metodika

5.23.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika 1 dm³ suda xlor ionlarının qatılığı 50-100 mkq olduqda, xloridləri təyin etmək üçündür.

Bu üsul xloridlərin gümüş-nitratla qarşılıqlı təsirindən sonra az həll olan gümüş xlorid çöküntüsünün əmələ gəlməsinə əsaslanır.

Təyinatın xətası 1 dm³-də ± 2,5 mkq xlor ionudur. Analiz vaxtı diqqət etmək lazımdır ki, yaxınlıqda xlorid turşusu və digər uçuclu xloridlər olmasın.

5.23.2. Cihazlar, qablar, və reaktivlər

- Fotokolorimetr – nefelometr FEK-56M (civə-kvars lampası SVD-120A)
- Gümüş-nitrat, DÜİST 1277-63, «k.t»,
- Natrium turşusu «k.t», DÜİST 4461-77, 10%-li məhlul.
- Natrium -xlorid, fiksanal TŞ 6-09-2540-72, 0,1 n. məhlul.
- Kolbalar 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2, DÜİST 1770-74.
- Pipetlər 1-1-1, 1-1-2, 2-1-5, 2-1-10, 3-1-20, 3-1-20, 3-1-50, DÜİST 20292-74.

5.23.3. Reagentlərin hazırlanması

Reaktiv məhlullarını hazırlamaq, nümunə və standart məhlulları durulaşdırmaq üçün distillə suyundan istifadə edilir.

5.23.3.1. Gümüş-nitrat məhlulu. 1 qram gümüş-nitratı 100 sm³ 10%-li nitrat turşusunda həll edilir.

5.23.3.2. Xlor ionlarının kütlə qatılığı 1 mq/dm³-dan standart natrium-xlorid məhlulu. Əvvəlcə 1 dm³-də 10 mq xlor ionları olan ehtiyat məhlul hazırlanır, bunun üçün 2,82 sm³ 0,1 mol/dm³ fiksandalan hazırlanan NaCl məhlulunu 1 dm³ ölçü kolbasında distillə suyu ilə durulaşdırırlar. 1 mq/dm³ kütlə qatılıqlı standart işçi məhlul hər dəfə analizdən əvvəl ehtiyat məhlulu 10 dəfə distillə suyun ilə durulaşdırmaqla hazırlanır.

5.23.4. Qrafikin qurulması

50 sm³ ölçü kolbalarına 1 dm³-da 1 mq xlor ionları olan, standart məhluldan 1,2,5,10,20,50 sm³ töküb üzərinə xəttə qədər kimyəvi duzsuzlaşdırılmış su əlavə edilir. Sonrakı mərhələlər işçi nümunənin analizində olduğu kimi yerinə yetirilir. Bu zaman, müqayisə məhlulu kimi kimyəvi duzsuzlaşdırılmış sudan istifadə olunur. Ölçmənin nəticələri əsasında qrafik qurulur. Absis oxunda kolbadakı xlor ionlarının miqdarı (mq), ordinat oxunda isə cihazın göstərişi qoyulur.

5.23.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Su nümunəsini təmiz yuyulmuş quru şüşə qabda götürüb, tıxacla kip bağlayırlar. Adətən nümunə konservləşdirilmir, istisna hallarda 1 dm³ nümunəyə 3-4 sm³ xloroform tökülür ki, biokimyəvi proseslər baş verməsin. Analizə 50 sm³-dən çox olmayan su tələb olunur. Nümunənin həcmi elə seçilir ki, onda xlor ionlarının miqdarı 50 mq-dan çox olmasın.

Nümunədə karbohidrogen fazası olduqda, onu ayırıcı qıfda ayırıb, aşağı su təbəqəsi analiz olunur.

5.23.6. Analizin aparılması

Su nümunəsi 50 sm³ ölçü kolbasına tökülür kimyəvi duzsuzlaşdırılmış su ilə 50 sm³-dək çatdırılır, üzərinə 0,5 sm³ gümüş nitrat məhlulu töküb, ehmalca qarışdıraraq qaranlıq yerə qoyulur. 30 dəqiqədən sonra, analiz 320 nm dalğa uzunluğunda uducu təbəqənin qalınlığı 50 mm olan küvetdə bulanıq məhlulların işıq buraxmasını fotoelektrokolorimetrdə ölçürlər. (FEK-56-M, lampa CVD-120A), bu zaman müqayisə məhlulu kimi analiz olunan su götürülür.

5.23.7. Nəticələrin təhlili

Analiz nümunəsindəki xloridlərin kütlə qatılığı qrafikə əsasən tapılır. Suda xloridlərin qatılığını X (mkq/dm³) aşağıdakı düstura əsasən hesablayırlar:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – analiz üçün götürülmüş nümunədə xlor ionlarının kütləsi, mkq;

V – analiz nümunəsinin həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təcrübənin orta hesabı qiyməti götürülür, bu nəticələr arasındakı fərq $\pm 2,5$ mkq/dm³-dan çox olmamalıdır.

5.24. pH – hidrogen göstəricisinin təyin edilməsi üzrə metodika

5.24. 1. Metodun mahiyyəti

Hidrogen ionlarının qatılıq kəmiyyəti 1-dən 10^{-14} mq-ekv/dm³ intervalındadır ki, bu da 0-dan 14 pH-a uyğundur.

pH=7 olduqda məhlul neytral, pH>7 olduqda qələvi, pH<7 olduqda turş reaksiyaya malik olur.

Hidrogen göstəricisinin qiymətini indiqator kağızının köməyi ilə pH-in tam ədədlər dəqiqliyi ilə və ya elektrotermik üsulla pH-in vahidinin 0,05 xətası ilə təyin etmək olar.

5.24. 2. Cihazlar, reaktivlər

Universal ionomer EB-74 və ya pH-metr və ya şüşə və ya kalomel (gümüş xlor) elektrodlu pH metr.

Termometr, ,01-0,05°C bölgülü.

Fiksanal, TU 6-09-2541-72. pH metr üçün bufer məhlullar hazırlamaq üçün.

Universal indiqator kağızı pH 1-10, TU 6-09-1181-76.

5.24.3. İndiqator kağızı ilə ölçülməsi

İndiqator kağızının sınaq edilən mayeyə salıb çıxarırlar və dərhal onun rəngini şkala ilə müqayisə edirlər.

5.24. 4. Elektrotermik metodla pH-ın ölçülməsi

Elektrometrik metod elektrodun şüşə membranlarının xarici səthi və dəqiq olunan məhlulun sərhəddində və digər tərəfdən membranın daxili səthi və standart turşu məhlulunun sərhəddində yaranan potensiallar fərqlinin ölçülməsinə əsaslanır. Müqayisə elektrodu kimi kalomel və ya gümüş xlorid elektrodlarından istifadə edirlər.

5.24.4.1. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Su nümunəsi təmiz, quru və şəffaf qaba götürülür. Nümunənin hava ilə görüşməsinə yol verməmək üçün qabın ağzını kəpək bağlayırlar. Nümunənin konsevləşdirilməsinə yol verilmir. pH-ın təyini təcili aparılır. Müqayisə olunacaq nəticə almaq üçün, müxtəlif nümunələrin pH-nın təyini eyni temperaturda aparmaq lazımdır.

Tərkibində neft məhsulları olan nümunələr analiz edildikdə, elektrodlar dietil efiri ilə yuyulur, sonra distillə suyu ilə bir neçə dəfə yaxalanır.

İşə hazırlığa dair tövsiyələr cihazın təlimatında göstərilir və pH-metrin quruluşundan asılıdır. Ümumi ölçmə sxemi aşağıdakı əməliyyatlarla həyata keçirilir: Cihazı işə qoşmadan əvvəl cihazın «mexaniki sıfır» müəyyən edilir, pH-metr işə qoşulur və qızdıqdan, «elektrik sıfır» yoxlandıqdan sonra şkala iki-üç bufer məhlullu ilə korreksiya edilir. Bunun üçün bufer məhlulu olan stəkana şüşə və kalomel elektrod yerləşdirilir, axırıncı elektrod şüşə elektrodun diyircəyindən aşağıda yerləşməlidir. İş vaxtı şüşə elektrodun diyircəyi stəkanın divarına toxunmamalıdır və stəkanın dibindən 5-10 mm məsafədə yerləşməlidir.

Stəkana termometr yerləşdirib, onun göstəricisinə uyğun olaraq temperatur tənzimlənir. Temperaturu avtomatik korreksiya etmək üçün termokompensatordan istifadə edilir. Bufer məhlulun pH ədədini ölçüb onun qiymətini yazırlar, 2-3 dəqiqə sonra ölçmə təkrar edilir.

Əgər pH-ın hər iki qiyməti üst-üstə düşürsə, elektrodun potensialı müəyyən edilmiş sayılır və təlimata uyğun şkala korreksiya edilməyə başlanır. Anoloji əməliyyatlar ikinci və üçüncü bufer məhlullarla aparılır, termometr və elektrodlar əvvəlcədən bir-iki dəfə distillə suyu ilə yaxalanır, filtr kağızı ilə ehtiyatla qurudulur. Hər məhlul üçün təmiz stəkan istifadə edilir.

5.24.4.2. Analizin aparılması. Cihazın şkalasını yoxladıqdan və korreksiya etdikdən sonra təmiz stəkana tədqiq edilən suyu töküüb, içərisinə əvvəlcədən tədqiqat suyu ilə təmiz yuyulmuş, qurudumuş

termometr və elektrodlar salırlar. pH-ı ölçürlər, 2-3 dəqiqə intervalında 2-3 dəfə əməliyyatı təkrar edirlər. İş qurtardıqdan sonra elektrodları yuyurlar və onları içərisində distillə suyu olan stəkana salırlar.

5.24.5. Nəticələrin təhlili

Analizin nəticəsi kimi 2-3 paralel analizin nəticələrinin orta hesabı qiyməti götürülür, bu nəticələr arasındakı fərq nisbi 0.05%-dən çox olmamalıdır.

5.25. Etilen-propilen istehsalında benzinin pirolizi prosesində qarışdırıcı buxarın alınması xəttində su və buxar axınlarında natriumun təyin edilməsi üzrə metodika

5.25.1. Təyinatı və mahiyyəti

Natriumun miqdarı alovlu fotometriya üsulu ilə təyin edilir.

Bu üsulun mahiyyəti - alovlu fotometrin alovunda natrium atomlarının şualanmasının nisbi intensivliyini ölçməkdən ibarətdir. Analiz edilən su aerosol şəklində cihazın şamının alovuna daxil edilir, Natrium şüaları fotoelementə düşərək fotocərəyan əmələ gətirir ki, bu da qalvanometrə qeyd edilir. Qalvanometrin göstəricisi nümunədəki natriumun qatılığı ilə mütənəsbdir.

Metodun təyin etmə həddi cihazın həssaslığı ilə təyin edilir, onu nümunəni qatılaşıdırmaqla azaltmaq olar.

5.25.2. Cihazlar, qablar, və reaktivlər

- Alovlu fotometr (PAJ) və ya digər markalı 5 mkq/dm^3 kütlə qatılığına malik natriumu təyin etmək üçün.
- Şüşə ölçü qabları, DÜİST 20292-74 E, kolbalar, pipetlər, büretlər.
- Platin pura və kasalar DÜİST 6563-75.
- Polietilen qablar: stəkanlar 30 sm^3 , burma qapaqlı flakonlar 300 sm^3 , mikrostəkanlar $1-2 \text{ sm}^3$.
- NaCl, DÜİST 4233-77, «k.t»

5.25.3. Qabların və reagentlərin hazırlanması

Məhlulları hazırlamaq üçün tərkibi natriuma görə yoxlanılan H-kationlu sudan istifadə olunur. Bunun üçün pNa göstəricisi və ya xüsusi elektrik keçiriciliyi ölçülür və natriumun kütlə qatılığı 1 mq/dm³-dan çox olmayan və ya xüsusi elektrik keçiriciliyi 0,1 mksm/sm olan sudan istifadə edilir.

Nümunələr və standart məhlulların göstərilməsi və saxlanması üçün polietilendən hazırlanmış qablardan istifadə olunur, hansı ki, onlar əvvəlcə adi su ilə, sonra distillə suyu ilə yuyulur. Qablar 750-1000 mq/dm³ kütlə qatılığına malik natrium xlorid məhlulu ilə doldurulur, 1 sutka saxlanılır və sonra distillə suyu ilə yuyulur. Qablar o vaxt işə hazır sayılır ki, onun içərisində 1 sutka saxlanılan distillə suyun tərkibindəki natriumun qatılığı alovlu fotometrin həssaslığından aşağı olsun.

Bu qabları temperaturu 40°C-dək olan mayelər üçün istifadə etmək olar.

Etalon məhlulları. 110-120°C temperaturda sabit çəkiyə gətirilən 0,254 qram natrium xlorid (NaCl) 1 dm³ həcmə malik ölçü kolbasında əvvəlcə az miqdarda distillə suyunda həll edilir, sonra isə məhlulun həcmi cizgiyə qədər çatdırılaraq ehməlcə qarışdırılır. Hazırlanmış məhlulun 1 dm³-da 100 mq natrium vardır (A məhlul).

Natriumun kütlə qatılığı 1 mq/dm³ olan məhlulu (məhlul B) hazırlamaq üçün A məhlulu 100 dəfə distillə suyu ilə qarışdırılır.

Alovlu fotometrin dərəcələnməsi üçün iki seriya standart məhlul hazırlayırlar: birini A məhlulundan, ikincisini B məhlulundan 250 sm³ ölçü kobasına cədvəl 5.8-ə uyğun A və B məhlulu tökürlər.

Cədvəl 5.8.

A və V məhlulunun həcmi, sm ³	Standart məhlulun qatılığı mq/dm ³	
	A məhlulundan seriya 1.	B məhlulundan seriya 2.
125,0	50	0,50
50,0	20	0,20
25,0	10	0,10
12,5	5	0,05
5,0	2	0,02
2,5	1	0,01

Kolbalar cizgiyə qədər distillə suyu ilə doldurulur, ehmalca qarışdırılır və əvvəlcədən yuyulub hazırlanmış polietilen qablara tökülür.

Standart məhlullar otaq temperaturunda saxlanılır: II, I seriya 1- qeyri-müəyyən müddətə, II seriya bir ay müddətə saxlanılır.

İş zamanı standart məhlulların temperaturu nümunənin temperaturundan 5°C-dən çox fərqlənməməlidir.

5.25.4. Nümunənin götürülməsi

Nümunə əvvəlcədən yuyulub, qurudulmuş kip qapaqlı polietilen qaba götürülür. Analizi götürməzdən qabaq qab analiz suyu ilə yaxalanır. Nümunə konservləşdirilmir. Analizə ən çoxu 1sm³ nümunə lazımdır. Nümunə qatı olduqda onun həcmi artırılır. Analiz nümunəsində karbohidrogen fazası olduqda, onu ayırıcı qıfda ayırırlar və su təbəqəsini analiz edirlər. Əgər nümunədə asılıqan maddələr varsa onu əvvəlcədən filtr kağızdan süzülür.

5.25.5. Analizin aparılması

Analiz alov fotometrin təlimatına uyğun olaraq aparılır. Cihazı işə qoşduqdan sonra analiz nümunəsindəki natriumun güman edilən qatılığı intervalında qrafik qurulur ki, bu zaman absis oxunda natriumun kütlə qatılığı mq/dm³, ordinat oxunda isə cihazın göstəricisi qeyd edilir.

İş prosesində hər 30 dəqiqədən bir qrafik korreksiya olunur. Bunun üçün cihazın göstərişi distillə suyunda və maksimal qatılığa malik standart məhlulda yoxlayırlar.

Analiz suyundakı natriumun qatılığı qrafikdən cihazın müvafiq göstəricisinə əsasən təyin edilir.

Əgər nümunədə natriumun miqdarı təyin edilən qatılıqdan yuxarı və ya ondan aşağıdırsa, onda nümunəni distillə suyu ilə durulaşdırır və ya platin qabda buxarlandırmaqla qatılaşıdırırlar. 1 mol/dm³ xlorid turşusu məhlulundan istifadə etməklə polietilen mikrostəkana keçirirlər. Bu halda analiz nümunəsində natriumun miqdarı aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$A=C \cdot K$$

Burada:

C - durulaşdırılmış nümunədə natriumun qrafikdən tapılmış kütlə qatılığı, mq/dm³;

K - durulaşdırma dərəcəsi.

5.26. Suda sərbəst karbon 2-oksidin təyini üzrə metodika

5.26.1. Mahiyyəti və təyinatı

Bu metod suda həll olan sərbəst karbon 2 oksidin təyini üçün nəzərdə tutulmuşdur.

Metod sərbəst karbon turşusunun fenolftalein indikatorunun iştirakı ilə qələvi məhlulu ilə bikarbonata qədər titrlənməsinə əsaslanır.

Sərbəst karbon turşusunun titrlənməsi zamanı pH kəmiyyətinin dəyişməsi bu indikatorun keçid intervalı ilə dəqiq üst-üstə düşməyəndə köməkçi maddələrdən hazırlanmış pH 8,3 və 8,5 olan rəngli etalonlardan istifadə olunur. (nisbətən yüksək pH-larda sərbəst karbon turşusu olmur) Analiz üçün nümunə bir sıra qanuna uyğunluqlara riayət edərək xüsusi qablarda götürülür. Belə ki, analiz götürülən sahənin havasından həmişə karbon 2-oksidi olur. Analiz üçün 200 sm³ su götürüləndə və 0,01 mol/dm³ natrium hidroksid ilə titrləndikdə xəta 0,3 mq/dm³ olur. Təyin edilmə həddi 0,4 mq/dm³. Analizin gedişatı 15 dəqiqədir.

5.26.2 Qablar və reaktivlər

- Büretka, tutumu 25 sm³, 5 sm³, 2-ci dəqiqlik sinfi DÜİST 20292-74.
- Pipetka, tutumu 200 sm³, 1 sm³, 2-ci dəqiqlik sinfi DÜİST 20292-74.
- Kolba, tutumu 1000 sm³, 2-ci dəqiqlik sinfi DÜİSTS 1770-74.
- Yastı dibli konusvarı kolba, tipi KH -I-500, DÜİST 25336-82.
- Xlor kalsium trubka, tipi TX-V, DÜİST 25336-82.
- Natrium oksid DÜİST 4328-77, «kt» 30%-li məhlul və qatılığı (NaOH)=0,01 mol/dm³ (0,01 n) olan məhlul.
- Natrium tetrabor turşusu (bura) DÜİST 4199-76, qatılığı
$$\left(\frac{1}{2}N_2B_4O_7 \cdot 10H_2O\right) = 0.1 \text{ mol} / \text{dm}^3$$
 (0,1 n) olan məhlul.
- Kalium-natrium çaxır turşusu, (seqnet duzu) DÜİST 5845-79, 30%-li məhlul.
- Duz turşusu DÜİST 3118-77, «kt» və ya fiksanal TŞ 6-09-2540-72, qatılığı (HCl)=0,1 mol/dm³ olan (0,1 n) olan məhlul.
- Fenolftalein DÜİST 5850-72 1%-li və 0,01%-li spirt məhlulları.

- Askerit TŞ 6-09-4128-75.
- Natron əhəngi.

5.26.3. Reagentlərin hazırlanması

Reaktiv məhlulların və etalonların hazırlanması üçün distillə suyundan istifadə edilir.

Suyun karbon 2-oksiddən azad edilməsi. Lazım olan miqdarda analiz olunan su kolbaya tökülür, kolbanın ağız üzərində iki dəşik olan rezin tıxac ilə kəp bağlanır; dəşiklərdən birinə karbon turşusu (natron əhəngi və ya askarit) ilə birləşdirilmiş P-şəkilli borucuq, digərinə isə bir ucu kolbanın dibinə çatan, digər ucuna isə sıxac olan sifon yerləşdirilir. Sıxacı bağlamadan karbon qazının kənarlaşdırmaq üçün su 15 dəqiqə qaynadılır.

0,1 mol/dm³ qatılığa malik bura məhlulu

19,1 qram reaktiv distillə suyunda həll edilir və ölçü kolbasında həcmi 1 dm³ çatdırılır.

Etalon məhlullar

Etalon məhlullar 500 sm³ həcmə malik və rezin tıxaclar ilə kəp bağlanır yastı dibli kolbalarda hazırlanır.

Köməkçi maddələrdən hazırlanan etalonlar

Köməkçi maddələrdən hazırlanan etalonlar 1 ay müddətində davamlıdır. Köməkçi maddələrdən etalonların hazırlanması üçün məhlulların həcmi cədvəl 5.9-da göstərilmişdir.

Cədvəl 5.9.

Etalonun həcmi sm ³	Etalon məhlulun pH-ı	Məhlulların həcmi, sm ³		
		0,1 mol/dm ³ qatılığa malik bura məhlulu	0,1 mol/dm ³ qatılığa malik duz turşusu məhlulu	1%-li fenolftalein məhlulu
200	8,3	120	80	0,2
	8,5	130	70	0,2
300	8,3	180	120	0,3
	8,5	195	105	0,3

Analiz olunan sudan hazırlanan etalonlar

Analiz olunan sudan hazırlanan etalonlar 1 saat ərzində davamlı olduğundan onlar analiz aparılan zaman hazırlanır.

Analiz olunan sudan hazırlanan etalon məhlulların həcmi cədvəl 5.10-da göstərilmişdir.

Cədvəl 5.10.

Nümunənin həcmi, sm ³	Səqnet duzu məhlulu, Sm ³	30%-li qələvi məhlulu, sm ³	0,01%-li fe- nolftalein, sm ³
200	1	1	0,2
300	1	1	0,3

5.26.4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması

Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlanması zamanı ehtiyatlı olmaq lazımdır ki, nümunə hava ilə görüşməsin. Nümunə 500 sm³ həcmə malik yastı dibli kolbada analiz edilir. Kolba üçdeşikli rezin tıxac ilə kip bağlanır. İkideşikdə şüşə borucuqlar yerləşdirilir ki, bunlarla kolbaya analiz olunan su keçirilir. Üçüncüdeşik isə büretka üçün nəzərdə tutulmuşdur və analiz götürülən zaman budeşik rezin tıxac ilə kip bağlanır.

Su nümunə götürülən saatda analiz olunmalıdır.

5.26.5. Analizin aparılması

Cihaz kauçuk borucuqla analiz götürülən nöqtəyə birləşdirilir və kolba analiz olunan su ilə doldurularaq borucuqdan o vaxta qədər boşaldılır ki, cihazdan 3-4 dm³ su keçsin. Rezin borucuq sıxac ilə sıxılır və kolba analiz götürülən nöqtədən çıxarılır, borucuq askarit və ya nitron əhəngi ilə doldurulmuş kalsium xlor borucuğu ilə birləşdirilir. Kolbadakı məhlulun həcmi 200 və ya 300 sm³ qalana qədər borucuqdakı sıxacı boşaltmaqla borucuqdan məhlul boşaldılır və sonra borucuq yenidən sıxacla sıxılır. Üçüncüdeşikdəki rezin tıxac çıxarılır və büret köməyi ilə kolbaya hər 100 sm³ su üçün 0,1 sm³ miqdarında 1%-li fenolftalein məhlulu tökülür, sonra isə budeşiyə digər bir büret qoyulur və məhlul 0,01 mol/dm³ qatılıqlı natrium hidroksid məhlulu ilə titrlənir. Məhlulun rəngi etalon ilə müqayisə olunur. Bu zaman elə rəng almaq lazımdır ki, bu rəngin intensivliyi birinci etalonun rəngindən parlaq, ikinci etalonun rəngindən isə zəif olsun.

5.26.6. Analizin nəticələrinin təhlili

Suda karbon iki oksidin kütlə qatılığı (x) mq/dm³ aşağıdakı düstur üzrə hesablanır.

$$x = \frac{a \cdot c \cdot k \cdot 44 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – qatılığı 0,01 mol/dm³ olan natrium hidroksid məhlulunun analiz olunan su nümunəsinin titrlənməsinə sərf olunan həcmi, sm³;

c – qələvi məhlulunun nominal qatılığı, mol/dm³;

k – qələvi məhlulunun nominal qatılığına düzəliş əmsali;

44 – verilmiş reaksiyada karbon 2-oksidin ekvivalent kütləsi, sm³;

V – analiz olunan suyun həcmi, sm³.

Təyinatın nəticəsi kimi 2 paralel analizin orta riyazi qiyməti götürülür, hansı ki, bu analizlərin nəticələri arasındakı fərq 0,3 mq/dm³-dan çox olmamalıdır.

5.27. Etilen-propilen istehsalında durulaşdırıcı buxarın alınması xəttində su və buxar axınlarında ammonyakdakı azotun təyini metodikası

5.27.1. Mahiyyəti və təyinatı

Metodika durulaşdırıcı buxarın alınması bölməsində su və buxar axınlarında istənilən qatılıqda rəngli nümunələrin analizində, maneçilik törədən üzvi maddələrin iştirakı ilə azotu təyin etmək üçündür.

Analiz məhlulundakı qarışıqların tərkibindən asılı olaraq, müəyyən ardıcılıqla qarışıqlardan təmizləyirlər. Kənardan verilən buxarın, tərkibində ammonyak təyin edilir. Durulaşdırıcı buxardan və ammonyakdan əvvəl yüngül üzvi maddələr kənarlaşdırılır, sonra isə ammonyakı qovma üsulu ilə ayırırlar. Nümunədəki ammonium-nitratın miqdarından asılı olaraq onu həcmi və ya kolorimetrik üsulla təyin edirlər.

Azotun qatılığı 1-10 mq/dm³ və ondan aşağı olduqda azot rəngli merkür ammonium-yodidın əmələ gəlməsinə əsaslanan «Nessler» reaktivinin iştirakı üsulu ilə, təyin edilir. Metodun həssaslığı – 5 mkq ammonium-nitratdır.

Qovulma metodu - artıq miqdar qələvidə (pH ≥ 9) ammoniya-kın ayrılmasına artıq miqdarda götürülmüş titrələnmiş sulfat turşusu məhlulu ilə qovularaq miqdarı təyininə əsaslanır. Turşunun artıq hissəsi qələvi məhlulu ilə titrlənir. Həcmi metodun həssaslığı 2 mq/dm³.

5.27.2. Cihazlar, qablar, və reaktivlər

- Fotokolorimetr FEK-M və ya FEK-56H, $\lambda=435$ HM.
- Qovma cihazı (ammonium azotun qovulması üçün).
- Elektrik plitəsi.
- Kolbalar 2-100-2, 2-1000-2, DÜİST 1770-74.
- Pipetka dəsti DÜİST 20292-74.
- Silindrlər 1-50, 1,50, 1-100, DÜİST 1770-74.
- Stəkanlar BH-250 TC, DÜİST 25336-82.
- pH ölçmək üçün universal indiqator kağızı 1-10, TŞ 6-09-1181-76.
- Natrium hidroksid, DÜİST 4328-77, 25%-li və 50%-li, eləcə də NaOH = 0,1; 0,5; 0,01 mol/dm³ (0,1; 0,05; 0,01 n) qatılıqlı məhlullar.
- Sulfat turşusu, DÜİST 4207-77, k.t, qatılaşdırılmış və (1/2 H₂SO₄)=2; 0,1; 0,05 və 0,01 mol/dm³ (2n; 0,1n; 0,05n; 0,01n) qatılıqlı məhlullar.
- «Nessler» reaktivi TŞ 6-09-2089-77, «a.ü.t» olmadıqda.
- Civə 2-yodid, DÜİST 3206-46.
- Kalium-yodid, DÜİST 4232-74.
- Kalium-hidroksidi DÜİST 24363-80.
- Ammonium-xlorid, DÜİST 3773-72, k.t., və yaxud fiksonal MRTU-6-09-1678-64.
- Qırmızı metil indiqatoru DÜİST 5853-51, 60%-li etil spirtində 0,2%-li məhlulu.
- Rektifikasiya olunmuş etil spirti DÜİST 18300-72.

5.27.3. Reagentlərin hazırlanması

Ammonyaksız su

Reagentlərin məhlulunu, standart məhlulları hazırlamaq və nümunələri durulaşdırmaq üçün 2 dəfə distillə olunmuş amonyaksız sudan istifadə olunur. Amonyaksız su aşağıdakı üsulla alınır.

1) Vo Distillatı H- formalı kationitdən keçirməklə.

2) 500 sm³ distillə edilmiş suyu DÜİST 6709-72 yumrudibli kolbaya tökürlər, üzərinə 0,5 sm³ qatı sulfat turşusu əlavə edib, qaynayanadək qızdırırlar və ilkin 100 sm³ distillat atılır, yerdə qalan 400 sm³ qovulmuş amonyaksız su 3-5 dm³ həcmə malik butulkaya töküb saxlayırlar. Butulkadan su götürmək üçün onun aşağı hissəsi təhciz edilib. Butulkanın yuxarısı «dimdiyi» tıxacla bağlanır. Tıxac sulfat turşusu məhlulu ilə doldurulur. Çox tonnajlı etilen istehsalatında distillə sudan istifadə olunur.

«Nessler» reaktivinin hazırlanması

Farfor həvəngdəstədə 10 qram Hg J₂ ilə 5 qram KJ-i az miqdarda təmizlənmiş su ilə əzirlər. Sarımtıl maye 100 sm³-lik silindrə keçirilib, üzərinə 50 sm³ 30 % -li KOH məhlulu əlavə edib, təmizlənmiş su ilə həcmi 100 sm³-a çatdırılır və silindri rezin tıxacla bağlayıb məhlulu qarışdırırlar. Reaktivdən tam şəffaf olduqdan sonra istifadə edilir. Şəffaf maye sifonla tünd rəngli şüşə qaba tökülür və qaranlıq yerdə saxlanır.

Ammonium-xlorid standart məhlulu

10 mq/dm³ (məhlul 1) və 50 mq/dm³ (məhlul 2) kütlə qatılıqlı standart ammonium-xlorid məhlulu 1q/dm³ qatılıqlı ammonyak məhlulundan hazırlanır.

Bunun üçün 3.144 qram, əvvəlcədən 100-105°C-də qurudulmuş NH₄Cl-i 1 dm³-lik ölçü kolbasına töküb, ammonyaksız suda həll edirlər və su ilə xəttə qədər doldururlar.

1 və 2 məhlulları, ilkin məhlulları, ammonyaksız su ilə 100 və 20 dəfə durulaşdırmaqla hazırlanır.

5.27.4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Nümunə tıxaclı quru şüşə qaba götürülür və dərhal analiz edilir. Nümunəni 3-4°C-də sutka ərzində saxlamaq olar və ya 1 dm³ nümunəyə 1 sm³ qatı sulfat turşusu əlavə etməklə saxlamaq olar.

Analiz edilən obyektə karbohidrogen faza olduqda onu ayırıcı qıfda ayırırlar və su (aşağı) təbəqəsini analiz edirlər.

Turşulaşdırılmış analiz suyu asılqan maddələrlə çox çirkləndiyi üçün onu tərkibində NH_3 olmayan kağız filtirdən keçirirlər. Bunun üçün bir neçə dəfə amonyaksız su ilə yuyub, filtratı «Nessler» reaktivi ilə onda NH_3 -ün olmasını yoxlayırlar.

Əgər analiz edilən su nisbətən təmizdirsə, azacıq miqdarda asılqan maddələr və neft məhsulları varsa, süzmə əməliyyatı istisna edilir.

5.27.5. Kolorimetrik metod

Qrafikin qurulması

Tədqiq edilən məhlullarda amonyak və amonium duzlarının miqdarı yüksək intervala malik olduğundan iki qrafik 1 və 2 qururlar, bunun üçün uyğun olaraq standart 1 və 2 NH_4Cl məhlullarından istifadə edilir.

100 sm^3 -lik ölçü kolbalarına 1, 2, 3. . . 10 sm^3 1 və ya 2 standart məhluldan tökülür, xəttə qədər amonyaklı su ilə doldurulur yaxşıca qarışdırırlar.

Kolbalardan birinə yalnız 100 sm^3 amonyaklı su tökürlər (müqayisə məhlulu). Hər kolbaya dəqiq 2 sm^3 «Nessler» reaktivi töküüb qarışdırırlar, 3 dəqiqə sonra 435 nm dalğa uzunluğunda, I məhlul üçün uducu təbəqənin qalınlığı 50 mm və II məhlul üçün 20 mm olan küveutdə məhlulların optik sıxlığı ölçülür. Müqayisə küvetinə «Nessler» reaktivi ilə ammonyaksız su doldururlar. Müqayisə məhlulu standart məhlullar ilə eyni vaxtda hazırlanır. Alınan göstəricilər əsasında, absis oxunda ammonyakın kütləsi mq, ordinant oxunda müvafiq optik sıxlığın qiymətini qoymaqla qrafik qurulur.

Ammonyakın və azotun təyini (kənardan alınan buxarda). 100 sm^3 analiz məhlulu 100 sm^3 -lik ölçü kolbasına töküüb, üzərinə 2 sm^3 «Nessler» reaktivi əlavə edib qarışdırırlar, 3 dəqiqədən sonra məhlulun optik sıxlığı ölçülür.

Durulaşdırıcı buxarda ammonyakın və ammonium-nitratın təyin edilməsi. 100 sm^3 analiz olunan suyu ölçü silindri ilə ölçür stəkana tökülür və üzərinə 1 sm^3 2 mol/ sm^3 sulfat turşusu əlavə edib, qızdıraraq yüngül üzvi maddələri kənarlaşdırmaq üçün 50-60 sm^3 -dək buxarlandırırırlar. Buxarlandırdıqdan sonra qalığı soyudurlar və 100 sm^3 -lik ölçü kolbasına keçirib, ammonyaksız su ilə xəttə qədər doldururlar, üzərinə 2 sm^3 «Nessler» reaktivi əlavə edib və müqayisə məhlulu ilə işçi məhlulun optiki sıxlığı ölçülür. Müqayisə məhlulu belə hazırlanır: 100 sm^3 ölçü kolbasına 1 sm^3 2 mol/ sm^3 sulfat turşusu

məhlulu töküb, xəttə qədər ammonyaksız su tökülür və 2 sm³ «Nessler» reaktivi əlavə edilir. Alınmış məhlulun rənginin intensivliyindən asılı olaraq $\lambda=435$ nm dalğa uzunluğu uducu təbəqənin qalınlığı 50 mm və ya 20 mm küvetdə optik sıxlığı ölçülür.

Qətran suyu, üfürmə suyu, buxardan əvvəl gələn və hazır məhsuldan ayrılan suda ammonyak və ammonium duzlarının təyin edilməsi

50-100 sm³ analiz suyu ölçü silindri ilə ölçülüb stəkana tökülür, üzərinə 5 sm³ 2 mol/dm³ sulfat turşusu töküb, qızdıraraq yüngül üzvi birləşmələri, hidrogen sulfidi, karbon qazını çıxarmaq üçün 50-60 sm³ həcmə qədər buxarlandırırlar. Qalıq hissə soyudulub, qovma kolbasına keçirilir və üzərinə 2 sm³ 50 %-li NaOH məhlulu töküb buxarlandırırlar və alınan ammonyak əvvəlcədən içərisinə 40 sm³ 0,05 mol/dm³ H₂SO₄ məhlulu tökülmüş qəbul stəkanına yağılır. Qəbul stəkanı elə qoyulur ki, alonjun son ucu turşunun içərisinə keçsin. Analiz suyunu 5-10 sm³ qalıq qalanadək qovurlar. Sonra qəbul stəkanındakı məhlulu 100 sm³ ölçü kolbasına töküb, ammonyaksız su ilə xəttə qədər doldurub, üzərinə 2 sm³ «Nessler» reaktivi əlavə edirlər və müqayisə məhluluna nisbətən optik sıxlığı ölçülür. Müqayisə məhlulu hazırlamaq üçün 100 sm³-lik ölçü kolbasına 40 sm³ 0,05 mol/dm³ sulfat turşusu töküb, xəttə qədər ammonyaksız su ilə doldurub üzərinə 2 sm³ «Nessler» reaktivi əlavə edirlər. $\lambda=435$ nm dalğa uzunluğunda alınan məhlulun rəngindən asılı olaraq təbəqənin 50 mm və ya 20 mm küvetdə optiki sıxlıq ölçülür. Ammonium-nitratın kütləsi (mq) optik sıxlıqların qiymətinə görə tapılır.

Nəticələrin təhlili

Ammonyak və ammonium duzlarının kütlə qatılığı ammonyaka görə hesabatda (X) mq/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{m \times 1000}{V}$$

Burada:

m – ammonyakın qrafikdən tapılmış kütləsi, mq;

V – analiz suyunun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təyinatın nəticəsinin orta hesabı qiyməti götürülür. Bu nəticələr arasındakı fərq nisbi 5%-dən çox olmamalıdır.

Analizin müddəti 60 dəqiqədir.

5.27.6. Həcmi metod

Nümunənin miqdarı və istifadə olunan məhlulların qatılığı cədvəl 5.11-dən fərz edilən ammonium-nitratın miqdarına müvafiq seçilir.

Ammonium-nitratın kütlə qatılığı 100 mq/dm³-dan çox olduqda analiz suyu əvvəlcədən durulaşdırılır.

Nümunənin lazımı həcmi qovma kolbasına yerləşdirilir, universal indiqator kağızına görə pH 7-ə qədər neytrallaşdırılır. 20 sm³ 25%-li NaOH əlavə edilib pH ≥ 9-a çatdırılır.

Qovma kolbasında həcmi ammoniyaksız su ilə 300 sm³-a çatdırıb, kolbanı tez qovma cihazına qoşurlar. Əmələ gələn ammoniyak konusvarı kolbaya –qəbulediciyə qovulur, ora isə əvvəlcədən büretdən 50 sm³ titrli sulfat turşusu tökürlər. Qəbuledici kolba ilə qoyulur ki, alonjun ucu turşunun içərisinə girsin. Qovma qurtardıqdan sonra qəbuledici kolbanı cihazdan ayırırlar, alınmış distillatın üzərinə 0,5 sm³ metil-qırmızı məhlulu əlavə edirlər və rəng çəhrayıdan qırmızı-sarıya dəyişənədək NaOH məhlulu ilə sulfat turşusunun artığı titrlənir.

Eyni vaxtda analiz ilə yanaşı yoxlama təcrübəsi aparılır. Bunun üçün 300 sm³ ammoniyaksız su ilə pH-7-dək neytrallaşdırılır, üzərinə 20 sm³ 25%-li NaOH əlavə edilir və içərisində 50 sm³ titrli sulfat turşusu olan qəbulediciyə qovulur. Alınmış qovma məhsulu (200 sm³) müvafiq normalığa malik NaOH məhlulu ilə titrlənir.

Alınan nəticə hesabatda nəzərə alınır.

5.27.7. Nəticələrin təhlili

Ammonium azotunun kütlə qatılığı (X) mq/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{\{(aK_1 - bK_2) - A\} \cdot 17 \cdot c \cdot 1000}{V}$$

burada :

a – qəbuledicidəki titrli sulfat turşusunun miqdarı, sm³;

b – sulfat turşusunun artığının titrlənməsinə sərf edilən titrli NaOH-ın miqdarı, sm³;

A – yoxlama təcrübəsinə düzəliş;

V – analiz nümunəsinin həcmi, sm³

c – titrli H₂SO₄ və NaOH məhlullarının nominal qatılığı;

$$A = a_1 \cdot K_1 - b_1 \cdot K_2$$

Burada:

a_1 və b_1 – yoxlama təcrübəsindəki titrli sulfat turşusu və NaOH-ın miqdarı, sm^3 ;

K_1 və K_2 – nominal turşu və qələvinin qatılığana düzəliş əmsali;

17 – ammonium azotunun ekvivalent kütləsi;

V – analiz üçün götürülən nümunənin həcmi, sm^3 .

Paralel təcrübələr arasındakı buraxıla bilən fərq 5% təşkil edir.

Cədvəl 5.11.

Ammonium azotunun fərz edilən kütlə qatılığı, mq/dm ³ NH ₃	İstifadə olunan məhlulların qatılığı, mol/dm ³ (H)	Analiz suyunun həcmi, sm ³	Nümunədə azotun təxmini miqdarı, mq NH ₃
1-10	0,01	150-300	0,7-1,8
10-100	0,05	50-300	3,5-9,0
100-dən yuxarı	0,1	100 və az	7,8-18,0

Analizin nəticəsi kimi iki paralel təcrübənin orta hesabı qiyməti götürülür, bu nəticələr arasındakı fərq nisbi 5% -dən çox olmamalıdır.

5.28. Suyun şəffaflığının təyin edilməsi üzrə metodika

5.28.1. Metodun mahiyyəti

Şəffaflığı təyin etmək üçün Sneylen metodundan istifadə edilir. Şəffaflığın ölçüsü kimi su sütununun hündürlüyü qəbul edilir. Bu sütununun arasından müəyyən tipli şrifti oxumaq mümkündür.

Şəffaflıq suda həll olan və asılqan şəklində olan maddələrin rəngindən və miqdarından asılıdır.

5.28.2. Cihazlar, qablar

1. Şüşə silindr - daxili diametri 2,5-3 sm, hündürlüyü 50 sm, santimetrlə kalibrə olunub. Silindrin aşağı hissəsində su sütununun hündürlüyünü azaltmaq məqsədi ilə suyu silindrdən axıtmaq üçün şüşə borucuq yerləşir. Bu borucuğa üzərində şüşə kran və vintlilə sıxacaq olan rezin boru taxılır.

2. Suyun şəffaflığının təyini şriftinin nümunəsi:

Bu standart təsərrüfat-ıçməli suyun ümumi fiziki xassələrinin təyin edilməsi metodunu müəyyən edir: Qoxu, dad, temperatur, şəffaflıq, bulanıqlıq, asılqan maddələr və rəng 54178309» hərfin hündürlüyü – 3,5 mm.

5.28.3. Analizin yerinə yetirilməsi

Silindri ştativə elə bərkidirlər ki, onun dibi 4 sm hündürdə olsun. Analiz üçün 0,5 dm³ su götürüb, yaxşıca çalxalayaraq, 40 sm hündürlükdə olan silindrə tökürlər. Maye sütununun hündürlüyünü tənzimləyərək şriftin oxunmasına çalışırlar. Şəffaflığının təyini yaxşı işıqlandırılmış otaqda, ancaq düz günəş şüası altında olmadan pəncərədən 1 metr aralı məsafədə aparılır.

5.28.4. Nəticənin təhlili

Şəffaflıq 1 sm dəqiqliklə maye sütununun hündürlüyü ilə sm-lə ifadə edilir.

5.29. Etilen-Propilen qurğusunun durulaşdırıcı buxarın alınması xəttində su və buxar axınlarında karbon4 xloridlə ekstraksiya edilən maddələrin təyin edilməsi metodikası

Mahiyəti və təyinatı

Metodika EP-300 qurğusunun durulaşdırıcı buxarın alınması bölməsindəki su və buxar axınlarında karbon4 xloridlə ekstraksiya edilən üzvi maddələri təyin etmək üçündür.

Bu üsul sudan, karbon-4 xloriddə həll olmuş maddələri çıxarmaq, həlledicini qovmaq və çıxarılan maddələrin kütləsini təyin etməyə əsaslanır.

5.29.2. Qablar, cihazlar və reaktivlər

- Analitik tərəzilər,
- Tənzimləyicili qızdırıcıya malik su hamamı,
- Termotənzimləyicisi olan quruducu şkaflar BD1-250, BD1-500, BD1-1000, BD2-2000, DÜİST 25336-82,
- Pipetka 2-1-5, DÜİST 20292-74,

- Silindrlər 1- 25, 1- 250, 1- 500, 1- 1000, DÜİST 1770-74
- Kolbalar Kn Kş-100-14/23, Kn Kş -250-29/32 TC DÜİST 25336-82,
- Eksikator 2-250 DÜİST 25336-82,
- Qıf VFKŞ 20-POR 100-36, DÜİST 25336-82,
- Karbon4 xlorid «a.ü.t» DÜİST 20288-74,
- Sulfat turşusu «k.t», ρ -1,84 q/sm³, DÜİST 4204-77,
- Ekstraksiya cihazı, ibarətdir:
- Ayırıcı qıf, məsaməli şüşə süzgəc (xırda doğranmış filtr kağızı doldurulur), yığma qıf və ekstrakt yığmaq üçün kiçik kolbalar
- Qovma cihazı: kolbalar, soyuducu, həlledici üçün qəbul kolbası

5.29.3. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Neft məhsulları suda asılqan vəziyyətində yerləşdiyindən onların suda həll olması çox çüzdür: onlar suyun üzərində örtük əmələ gətirib, mexaniki hissəciklərin səthində və qabların divarında adsorbsiya olunurlar. Analizə 200-1000 sm³ su nümunəsi götürülür.

Nümunə qabının çəkisi əvvəlcədən müəyyən edilməli, təmiz yuyulub qurudulmalıdır.

Nümunə götürülən vaxt qab analiz suyu ilə yuyulmur və nümunənin bütün həcmindən karbon4 xloridlə ekstraksiya üçün istifadə edilir. Nümunə daima 20-25°C temperatura malik olmalıdır.

5.29.4. Analizin aparılması

Su nümunəsi güclü çalxalanır, müvafiq tutumlu ayırıcı qıfı boşaldılır, və 5 sm³ sulfat turşusu ilə turşulaşdırılır.

Nümunənin olduğu qab, onun divarına çökmüş karbohidrogenləri təmizləmək üçün 10-15 sm³ karbon4 xloridlə yuyulub ayırıcı qıfı keçirilir. Qıfın içindəki nümunə 1-2 dəqiqə möhkəm çalxalanır və mayeni tam təbəqələrə ayrılanadək çökməyə qoyurlar.

Aşağı faza (CCl₄ və ekstrakt) ayırıcı qıfdan məsaməli şüşə süzgecə boşaldılır. Şüşə süzgecin nazik ucuna xırda doğranmış filtr kağızı doldurulur. Filtir kağızı 2-4 sm uzunluğunda kəsilir. Filtir kağızı ən xırda su damcılarını tutmaq üçündür ki, bunlar həlledici ilə birgə keçib getməsin. Şüşə süzgecdən keçirilən ekstrakt yığma qıfı oradan isə qovma kolbasına buraxılır. Kolba əvvəlcədən t=105°C-də quruducu şkafta sabit çəkiyə gətirilir.

Rəngsiz ekstrakt alınanadək hər dəfə 15 sm³ CCl₄ ilə bir neçə dəfə ekstraksiya aparılır.

Bütün ekstraktın toplandığı qovma kolbası cihaza birləşdirilir və su hamamında temperatur – 85-90⁰ C-də 2-3 damcı /saniyə sürətlə CCl₄ qovulur. Həlledicinin qalığı kolbadan «armudcuq» və ya təmizlənmiş hava ilə üfürülüb çıxarılır. Bunun üçün «armudcuq» su və ya hava kranına şüşə boru kauçukla birləşdirilir və onu kolbaya elə salırlar ki, o kolbanın divarına və ondakı məhsula toxunmasın. Həlledicinin qoxusu yox olanadək üfürürlər. Bundan sonra kolba eksikatora yerləşdirilir və 30 dəqiqə sonra analitik tərəzidə çəkilir. Sabit çəki alanadək eksikatora qurutmanı təkrar edirlər.

5.29.5. Nəticələrin təhlili

Nümunədəki ekstraksiya edilən maddələrin kütlə qatılığı (X) mq/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 1000}{V}$$

burada:

m – məhlulla birgə kolbanın kütləsi, qr;

*m*₁ – boş kolbanın kütləsi, qr;

V – nümunənin həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təcrübənin nəticəsinin orta hesabı qiyməti götürülür. Bu nəticələr arasındakı fərq ± 20% nisbətindən çox olmamalıdır.

5.30. Suda həll olmuş oksigenin təyin edilməsi üzrə metodika

Oksigeni həcmi yodometrik və ya metilen mavinin iştirakı ilə kolorimetrik üsulla təyin edilir.

5.30.1. Yodometrik metodla oksigenin təyin edilməsi

5.30.1.1. Mahiyyəti və təyinatı. Metodika suda 30 mkq/dm³ və yuxarı qatılıqda həll olmuş oksigeni təyin etmək üçündür.

Metodika qələvi mühitdə ikivalentli manqan ionlarının oksigenlə dördvalentli manqan ionlarına oksidləşməsinə əsaslanır ki, bu zaman turş mühitdə KJ-dən suda həll olmuş oksigenin miqdarına uyğun miqdarda sərbəst yod ayrılır. Ayrılan yod, indikator rolunu oynayan nişastanın iştirakı ilə natrium tiosulfat məhlulu ilə titrlənir.

Oksigenin təyin edilməsinə sudakı oksidləşdirici və reduksiyaedicilər mane olur ki, onların təsirini nəzərə almaq üçün nümunəsiz təcrübə aparılır.

5.30.1.2. Qablar və reaktivlər

- Polietilen vedrə 5-7 dm³.
- Oksigenin təyində istifadə olunan şüşə qab.
- Rezin tıxalar (çəp kəsilmiş)
- Çəngəlvari birləşdirici boru, tip TS-B, DÜİST 25336-82.
- Mor sıxacı, vintsiz.
- Büret, icra 6, həcm 5 sm³, DÜİST 20292-74.
- Pipetlər, icra 2, həcm 1,3 sm³, d.s.2, DÜİST 20292-74.
- Yastı dibli kolbalar, tip Kn-1-500, DÜİST 25336-82.
- Natrium-tiosulfat, ST SEB 223-73 və ya fiksanal 0,01 n. məhlul.
- MnCl₂·4H₂O, DÜİST 612-75, «a.ü.t.», və ya MnSO₄·5H₂O, DÜİST 435-77, «a.ü.t.».
- NaOH, DÜİST 4328-77, «t» və ya KOH, DÜİST 24363-80, «k.t.» 3%-li məhlul.
- KJ, DÜİST 4232-74, «k.t.»
- K₂CO₃, DÜİST 4202-75, «k.t.»
- H₂SO₄, DÜİST 4204-77 «k.t.» qatı və duru 1:1 nisbətə, DÜİST 3118-77, «k.t.»
- Hidrogen-peroksid, DÜİST 10929-76
- Nişasta, həll olan, DÜİST 10163-76, 1%-li məhlul.

► Metallik yod, DÜİST 4159-64, «a.ü.t.» 0,01 n. məhlul.

5.30.1.3. Qabların və reagentlərin hazırlanması

5.30.1.3.1. Kauçuk borucuqları hidrogen peroksid əlavə edilmiş 3%-li natrium qələvisi məhlulunda, əvvəlcə adi su ilə, sonra distillə suyu ilə yuyurlar. Nümunə götürməzdən əvvəl bütün boru sistemi analiz edilən su ilə yuyulur.

5.30.1.3.2. Şüşə qablara pipetka ilə manqan və kalium yodidin qələvi məhlullarını daxil etmək üçün onların yuxarı ucuna sıxıclı rezin borular geydirilir, nümunə götürməzdən əvvəl reaktivlər ilə artıq miqdarda doldurulur ki, lazımı həcmdə məhlul pipetdən axıldıqda içərisində müəyyən qədər məhlul qalsın.

5.30.1.3.3. Oksigenin təyində istifadə olunan şüşə qablar 0,1 sm³ dəqiqliklə kalibrə olunurlar. Bunun üçün qapaqlı boş şüşə qabın kütləsi ilə 20°C distillə suyu ilə doldurulmuş qapaqlı şüşə qabın kütləsi arasındakı fərq tapılır.

5.30.1.3.4. Manqan duzları məhlulu - 45 qram MnCl₂ və ya 55 qram MnSO₄ 100 sm³ distillə suyunda həll edilir və məhlul filtr kağızından keçirilir.

5.30.1.3.5. Kalium-yodidin qələvidə məhlulu - 100 sm³ distillə suyunda 36 qram NaOH və ya KOH, sonra 20 qram KJ və 0,05 qram KJO₃ həll edilir.

5.30.1.4. Nümunənin götürülməsi və analizin aparılması. İki eyni həcmli şüşə qabı vedrəyə qoyub hər birinə troynikdən gələn rezin borucuq salırlar. Rezin borucuqların digər ucu nümunə götürülən nöqtəyə birləşdirilir. Nümunə götürülən nöqtədə kran açılır və su şüşə qablardan keçərək buraxaraq, vedrəyə tökülür. Vedrədə suyun səviyyəsi şüşə qabların boğazından 10–15 sm yuxarı olanadək vedrə doldurulur. Sonra ehtiyatla rezin borucuqları şüşə qablardan çıxarılır və nümunə götürülən nöqtədə ventillər bağlanır.

Su təbəqəsinin altından əvvəlcədən doldurulmuş pipetkalardan birinci şüşə qaba 1 sm³ manqan duzu məhlulu və 1 sm³ kalium-yodidin qələvidə məhlulu, ikinci şüşə qaba 3 sm³ sulfat turşusu (1:1) və ya qatı xlorid turşusu tökülür şüşə qabların ağzını, tıxacla bağlayıb sudan çıxarır və qarışdırırlar.

Birinci şüşə qabda çöküntü çökdükdən sonra, onun içərisinə 3 sm³ turşu töküüb, tıxacla bağlayıb qarışdırırlar. İkinci şüşə qaba 1 sm³ KC-in qələvi məhlulu və 1 sm³ manqan duzu məhlulu töküüb, tıxacla

bağlayaraq qarışdırırlar və hər iki nümunəni 20° C-yə qədər soyudurlar. İki konusvarı kolbaya pipet ilə 2 sm³ 0,01 mol/dm³ yod məhlulu və şüşə qabdakı məhlulları itkisiz bu kolbalara tökürlər. Kolbaları bağlayır və qaranlıq yerə qoyurlar. 5 dəqiqədən sonra kolbanın içindəkini açıq-sarı rəng alınanadək 0,01 mol/dm³ Na₂S₂O₃ məhlulu ilə titrləyirlər, 1 sm³ nişasta məhlulu əlavə edərək maye tam rəngsizləşənədək titrləməni davam edirlər.

5.30.1.5. Nəticələrin təhlili

Oksigenin kütlə qatılığı (X), mkq/dm³, bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{[(a_1 - a_2) \cdot 0,08 \cdot K - 0,005] \cdot 1000}{V}$$

burada:

- a_1 – birinci şüşə qabdakı mayenin titrləməsinə sərf edilən 0,01 mol/dm³ qatılıqlı, Na₂S₂O₃ məhlulunun həcmi, sm³;
- a_2 – ikinci şüşə qabdakı mayenin titrləməsinə sərf olunan 0,01 mol/dm³ qatılıqlı, Na₂S₂O₃ məhlulunun həcmi, sm³;
- K – 0,01 mol/dm³ qatılıqlı tiosulfat məhlulunun düzəliş əmsali;
- 0,08 – 0,01 mol/dm³ Na₂S₂O₃ məhlulunun 1 sm³-nə müvafiq oksigenin kütləsi, mq;
- 0,005 – reaktivlərdə həll olmuş oksigenin miqdarına düzəliş (1 sm³ manqan duzu və 1 sm³ kalium yodidin qələvi məhlulu);
- V – analizə götürülən suyun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təcrübənin nəticəsinin orta hesabi qiyməti götürülür. Bu nəticələr arasındakı fərq nisbi 15 %-dən çox olmamalıdır.

5.30.2. Oksigenin metil-mavi indikatoru ilə təyin edilməsi metodikası

5.30.2.1. Mahiyyəti və təyinatı. Metodika tərkibində 1-100 mkq/dm³ qatılıqda oksigen həll olmuş su və kondensatın (etilen istehsalında) analizi üçün nəzərdə tutulmuşdur.

Metod nümunədə həll olan oksigenin təsiri altında metilen-mavinin rəngsiz reduksiya olunmuş formasının intensiv göyerməsi ilə müşayiət olunan oksidləşməsinə əsaslanır.

Analiz edilən suyun temperaturu 25°C-dən yuxarı olmamalıdır. Analizin müddəti 20 dəqiqə, OKV cihazı ilə 10 dəqiqədir.

5.30.2.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər. Oksigenin suda təyin edilməsi üçün cihaz, tip OKV TU 25-11-965-74. Analiz təlimata uyğun olaraq aparılır.

- Kolorimetrik qaba malik cihaz.
- Büret, icra 1, həcm 10, 25, 50 sm³, d.s.2, DÜİST 20292-74.
- Pipetlər, icra 1, həcmi 1 sm³, icra 5, həcm 5,50 sm³ d.c.2. DÜİST 20292-74.
- Ölçü kolbaları, icra 1 və ya 2, həcm 100, 500 sm³ DÜİST 1770-74.
- Qliserin, DÜİST 6259-75.
- Metilen-mavi, TU 6-09-3875-75.
- D-qlükoza, DÜİST 6038-74, «a.ü.t.»
- Kalium-hidroksid, DÜİST 24363-80, 30%-li məhlul.

5.30.2.3. Reagentlərin hazırlanması. Məhlulların və standart şkalanın hazırlanması üçün distillə suyundan istifadə edilir.

5.30.2.3.1. Metilen-mavi məhlul. 0,125 qram metilen-mavi və 1-2 qram qlükozanı 50 sm³ distillə suyunda həll edirlər. 500 sm³-lik ölçü kolbasında məhlulu qliserinlə xəttə qədər çətdirirlər və qarışdırırlar. Reaktiv qaranlıqda bir neçə ay saxlanıla bilər.

5.30.2.3.2. Reduksiya edilmiş metilen-mavi məhlulu. 50 sm³ metilen-mavinin qliserində məhlulu ilə 1 sm³ 30%-li kalium-qələvisi qarışdırılır. Maye uzun dartılmış ucluğa malik büretə tökülür, havadan mühafizə etmək üçün üst təbəqəsinə vazelin tökürlər.

Məhlul bir saata rəngsizləşir. Qızdırmaqla rəngsizləşməni sürətləndirmək olar.

5.30.2.3.3. Standart metilen-mavi məhlulu. 500 sm³ ölçü kolbasına 4,7 sm³ metilen-mavi məhlulu töküb, su ilə cizgiyə qədər doldururlar. Məhlulun intensiv göy rəng olması 100 mkq/dm³ oksigenin kütlə qatılığına uyğundur.

5.30.2.4. Standart şkalanın hazırlanması 100 sm³-lik ölçü kolbasına 0, 1, 2, 5, 8, 10 sm³ və s. standart metilen-mavi məhlulu töküb, xəttə qədər su ilə doldururlar, qarışdırıb məhlulu qaba boşaldırlar və kip bağlayırlar.

Rəng 0, 1, 2, 5, 8, 10 və s. qatılıqlı mkq/dm³ oksigenlə müvafiqdir.

Şkala – qaranlıq yerdə saxlamaqla 7 sutka yararlıdır.

5.30.2.5. Analizin aparılması

Təmiz yuyulmuş boş kolorimetr qabı tutuma yerləşdirilir. Nümunə götürülən nöqtəyə geydirilmiş rezin borunun ucu kolorimetr qabının dibinə qədər salınır və 5 dəqiqə saxlanılır. Qab su ilə dolub ağızdan daşır və tutum yığılmağa başlayır. Qabın hündürlüyündən 10-15 sm yuxarı səviyyədə su yığılandan sonra ehtiyatla rezin boru nümunə götürülən nöqtədən çıxarılır və həmən dəqiqə suyun altında qalan kolorimetrik qaba 2 sm³ metilen-mavinin qələvi qliserin məhlulu verilir. Qabın ağızı çap kəsilmiş rezin tıxac ilə bağlanır və sonra suyun içərisindən çıxarılır.

Qabın içərisindəki məhlul ehmalca qarışdırılır və 1 dəqiqədən sonra nümunənin rəngi standart şkalanın rəngi ilə müqayisə edilir.

5.30.2.6. Nəticələrin təhlili. Oksgenin kütlə qatılığı (X)₁ mkq/dm³, içində nümunə olan qabın rəngini müvafiq standart məhlulun rəngi ilə müqayisə etməklə təyin edilir.

Analizin nəticəsi kimi 2 analizin nəticəsinin orta hesabı qiyməti götürülür.

5.31. H-kationitdən keçirilmiş suyun turşuluğunun təyini üzrə metodika

5.31.1. Mahiyyəti və təyinatı

H-kationitdən filtirlənən suda güclü və zəif turşuların anionlarının iştirakı ilə müşahidə olunan turş mühit yaranır. Suyun turşuluğu su nümunəsinin pH-nın istifadə olunan indiqatorun rəngi dəyişənədək su sərf olunan qələvinin miqdarına əsasən təyin edilir. Me₇tilnarınca görə titrləndikdə güclü turşular, fenolftaleinə görə titrləmə davam etdirildikdə zəif turşular (məhluldan karbon qazı şəklində xaric olan davamsız karbonat turşusu istisna olmaqla) neytrallaşır. H-kationitdən keçirilən suyun turşuluğunun analizi zamanı ancaq metil çəhrayıya görə titrlənən güclü turşuların qatılığı təyin edilir və milliqram-Ekv/dm³ və ya mkq-ekv/dm³ ilə ifadə olunur.

Analiz müddəti 15 dəqiqədir.

5.31.2. Qablar, reaktivlər

- Büret, 2-ci dəqiqlik sinfi, tutumu 25 sm³, DÜİST 20292-74.
- Pipet, 1-ci dəqiqlik sinfi, tutumu 25, 100 sm³, DÜİST 20292-74.

- Mikrobüretka, 2-ci dəqiqlik sinfi, tutumu 5 sm³, DÜİST 20292-74.
- Kimyəvi stəkanlar, tipi BH-100TS, DÜİST 25336-82.
- Konusvarı tipli kolba Kn, tutumu 250 sm³, DÜİST 25336-82.
- Qıf tipi B, DÜİST 25336-82.
- Çəki üçün nəzərdə tutulan stəkanlar (bükslər) tipi CB, DÜİST 25336-82.
- Natrium hidrokسيد, DÜİST 4328-77, «kt» məhlulun qatılığı 0,1 n və 0,01 n.
- Metil narıncı (indikator), DÜİST 10816-64, 0,1% -li məhlul.
- Metil qırmızı (indikator), DÜİST 5853-51.
- Metilen mavi (indikator), MRTU 6-09-2945, «a.ü.t.».

5.31.3. Analizin gedişi

250 sm³ həcmə malik konusvarı kolbaya 100 sm³ analiz olunan su tökülür, üzərinə 2 damcı metil narıncı tökülür və çəhrayı rəngli məhlul natrium hidrokسيد ilə sarı rəng alınana qədər titrlənir. Müqayisə məhlulunu hazırlamaq üçün tərkibində karbon qazı olmayan kimyəvi duzsuzlaşdırılmış sudan 100 sm³ götürüb üzərinə 2 damcı metil narıncı və 1 sm³ qələvi məhlulu tökülür. Əgər suyun turşuluğu 0,5 mq-ekv/dm³-dən aşağıdırsa onda su 0,01 mol/dm³ qatılığa malik qələvi məhlulu ilə qarışiq indikator əlavə etməklə titrlənir. Qarışiq indikator aşağıdakı şəkildə hazırlanır: eyni həcmdə 0,2%-li metil qırmızının spirtdə məhlulu və 0,1%-li metilen mavinin spirtdə məhlulu götürülüb qarışdırılır.

Anaiz suyunun tirirlənməsinə 2 sm³-dən az qələvi sərf olunursa mikrobüretkadan, 2 sm³-dən yuxarı olduqda isə büretdən istifadə olunur.

5.31.4. Nəticələrin təhlili

Suyun turşuluğu (X) mq-ekv/dm³ və ya (X₁) mkq.ekv/dm³-la aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$X = \frac{a \cdot c \cdot k \cdot 1000}{V}$$

$$X_1 = \frac{a \cdot c \cdot k \cdot 1000}{V}$$

burada:

a – analiz olunan suyun titrlənməsinə sərf olunan 0,1 mol/dm³

- natriumhidroksidin həcmi, sm³;*
c – natrium hidroksidin məhlulunun nominal qatılığı, mol/dm³;
k – natrium hidroksidin nominal qatılığına düzəliş əmsali;
V – analiz olunan suyun həcmi, sm³.

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel analizin nəticəsinin orta hesabı qiyməti götürülür. Bu nəticələr arasındakı fərq 15% olmalıdır.

5.32. EP-300 qurğusunun durulaşdırıcı buxarın alınması xəttində su və buxar axınlarında qələviliyin təyini metodikası

5.32.1. Təyinatı və mahiyyəti

Suyun qələviliyi onda həll olmuş qələvi birləşmələri ilə bağlıdır və indiqatorun rəngini dəyişdirənək nümunənin pH-nın müvafiq kəmiyyətə gətirilməsinə sərf olunan xlorid turşusunun miqdarının ölçülməsinə əsaslanır və həcmi üsul ilə təyin edilir. Son nəticə vizual olaraq indiqatorun köməyi ilə və ya elktrometrik üsul ilə təyin etmək olar.

pH - 8,3 alınmasına sərf olunan (indiqator - fenoltalein) titrli turşu məhlulunun miqdarı sərbəst qələviliyə ekvivalentdir: pH - 4,5 alınmasına (qarışıq indiqator və ya metil cəhrayı) sərf olunan turşunun miqdarı ümumi qələviliyə ekvivalentdir.

Qələvilik analiz olunan suyun 1 dm³-da milliqram ekvivalentlə ifadə olunur.

İki paralel təyinlərin nəticələri arasındakı buraxıla bilən fərq 0,1 mq-ekv/dm³-dir. Analiz müddəti – 15 dəqiqədir.

5.32.2. Qablar, reaktivlər, cihazlar

- Şüşə ölçü elektrodu və müqayisə kalomel elektrodları olan pH-metr.
- Maqnit qarışdırıcı.
- Havası CO₂ və inert qazdan təmizləmək üçün hava üfürən qurğu. Havanı CO₂-dən təmizləmək üçün uzunluğu 50 sm və diametri 2- 2,5 sm olan içərisinə natron əhəng doldurulmuş şüşə borudan buraxılır. Havada CO₂-nin olmamasını yoxlamaq üçün, onu Ba(OH)₂ məhlulundan keçirirlər. Bu zaman məhlul bulanmamalıdır.

- Pipetlər 6-1-10 və ya 7-1-10, DÜİST 20292-74.
- Silindr 1-100, DÜİST 1770-74.
- Büret 7-2-10 DÜİST 20292-74.
- Ölçü kolbaları 2-100-2 və 2-1000-2, DÜİST 1770-74.
- Kolbalar, Kn-250-34 TC, DÜİST 25336-82.
- Stəkanlar BH -150 TC, DÜİST 23336-82.
- Qıflar BH 56-80, DÜİST 25336-82.
- İndiqatorlar üçün damcıladıcı, DÜİST 25336-82.
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, «k.t» və ya fiksanal 0,01 mol/dm³ TŞ 6-09-2540-72 (0,1; 0,01 n).
- Fenolftalein indiqatoru, 60 % etil spirtində 0,1%-li məhlul.
- Metilçəhrayı indiqatoru, 0,1 %-li məhlul 0,1 qr metil çəhrayı 80 sm³ isti suda həll edilir, soyudub həcmi 100 dm³-ə çatdırılır.
- Metil qırmızı indiqatoru, DÜİST 3853-52, 0,2%-li məhlul (60%-li spirtdə).
- Metilen-mavi indiqatoru, MRTU 6-09-6045-69, «a.ü.t» 0,1%-li (spirtdə) məhlul.
- Reftifikasiya edilmiş etil spirti, DÜİST 18300-72.
- Qarışıq indiqator: metil-qırmızı və metilen mavi məhlullarını bərabər həcmdə qarışdırırlar.

5.32.3. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Təmiz, quru, şəffaf şüşə qaba nümunə götürülür, tıxacla kip bağlanır, dərhal analiz aparılır. Əgər qab tıxacadək su ilə doldurulubsa, onda onu sutka ərzində analiz etmək olar.

Analizdə karbohidrogen fazası olduqda ayırıcı qıfın köməyi ilə onu ayırır, su təbəqəsini analiz edirlər.

Vizual titrləmə zamanı analizə nümunənin intensiv rəngi mane olur. Onu aktiv kömür əlavə etməklə və analizdən öncə nümunəni süzməklə aradan qaldırırlar. Bulanıq nümunə filtirdən keçirilir və ya çökdürülür.

Elektrometrik titrləmə zamanı nümunənin rəngi analizə nəticəsinə təsir etmir.

Potensiometrik titrləmə zamanı pH-ın müəyyən edilməsinə və indiqatorun rəng keçidinin düzgün təyin edilməsinə CO₂ mane olur. Buna görə də qələviliyi daha dəqiq təyin edən zaman CO₂-ni inert qazla üfürərək sıxışdırıb çıxarırlar.

Hər analizə 100 sm³ su tələb olunur. Nümunənin həcmi suyun qələviliyinin təxmini qiyməti ilə tənzimləyirlər. Əgər azacıq qələvi-

liyə malik analiz suyunu titrledikdə 0,1 mol/dm³ xlorid turşusunun sərfi 1 sm³-dən az olarsa, onda təzə analiz suyu götürüb, titrləməni təkrar edirlər, bu zaman 0,01 mol/dm³ xlorid turşusu məhlulundan istifadə edirlər.

5.32.4. Analizin aparılması

5.32.4.1. Sərbəst qələviliyin təyini. 100 sm³ nümunə ölçüb götürürlər. Qələviliyi yüksək olan sudan azacıq miqdarda götürüb, qaynadılıb soyudulmuş distillə suyu ilə həcmi 100 sm³-ə çatdırırlar. 2-3 damcı fenolftalein məhlulu əlavə edib ağ fonda 0,1 dm³ xlorid turşusu məhlulu ilə tam rəngsizləşənədək titrləyirlər. pH - 8.3 olanədək elektrometrik üsulla titrləyirlər.

5.32.4.2. Ümumi qələvinin təyini. 100 sm³ nümunə ölçüb götürürlər və ya sərbəst qələviliyi təyin edilmiş nümunəni götürüb üzərinə 3 damcı qarışıq indiqator və ya 2 damcı metilnarıncı əlavə edirlər. Sonra su nümunəsi inert qaz və ya hava ilə üfürülür və eyni vaxtda ağ fonda 0,01 mol/dm³ xlorid turşusu ilə yaşıl rəngdən çirkli-boz rəngə keçənədək və ya sarı rəngdən narıncı rəngə keçənədək titrləyirlər.

İnert qazla üfürülmə davam etdirilir və lazım gələrsə 5 dəqiqədən sonra axıradək titrləyirlər. Elektrometrik analiz zamanı da üfürülmə aparılır, lakin pH 4.5 olanədək titrləyirlər.

5.32.5. Nəticələrin təhlili

Analiz suyunun qələviliyi (mkq-ekv/dm³) bu düsturla hesablanır:

$$Q_{f.f} = \frac{a \cdot K \cdot 0,1 \cdot 1000}{V} = \frac{a \cdot K \cdot 100}{V}$$

$$Q_{f.f} = \frac{b \cdot K \cdot 0,1 \cdot 1000}{V} = \frac{a \cdot K \cdot 100}{V}$$

burada:

- a* – fenolftaleinlə titrləməyə sərf edilən turşu məhlulu, sm³;
- b* – qarışıq (metilnarıncı) indiqatorla titrləməyə və ya pH-4,5-ə qədər sərf olunan turşu məhlulu, sm³;
- K* – turşunun nominal qatılığına düzəliş əmsali;
- V* – titrləmə üçün götürülən nümunənin həcmi, sm³

Analizin nəticəsi kimi 2 paralel təyinatın orta hesabı qiyməti götürülür, bu təyinatlar arasındakı fərq 0,1 mq-ekv/dm³-dan çox olmamalıdır.

5.33. Alüminium(III) xəzəryanı açıq-qəhvəyi torpaqda fotometrik təyini

5.33.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul alüminium (III) ionlarının 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzolla qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinata molibden (VI) və Hf (IV) mane olur. Bu üsulda alüminiumun təyini intervalı 0,054–0,648 mq/ml intervalındadır.

5.33.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolrimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 25, 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzol reagenti
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.33.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımı miqdarının tərəzidə çəkilərək 25,50 ml-lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlanılır.

5.33.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 5)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 5 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.33.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M alüminium məhlulunun hazırlanması

Alüminiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalın xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.33.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm^3 -lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm^3 metal məhlulu və hər bir kolbaya 2,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 5 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda alüminiumun qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.33.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

1 qram standart torpaq nümunəsi (SP-1, SP-2, SP-3) 15 ml $\text{HF}+5$ ml HNO_3 qarışığında qrafit putada $50-70^\circ\text{C}$ -də həll edilir. Alınmış məhluldan HF -un artığını kənar etmək üçün məhlula yəni-dən 7-8 ml HNO_3 əlavə edilərək $60-70^\circ\text{C}$ temperaturda qızdırılır və bu proses üç dəfə təkrarlanır. Alınmış bərk faza distillə suyunda həll edilərək 100 ml-lik kolbaya keçirilir. Standart nümunələrdə alüminiumu fotometrik metodla təyin etmək üçün hazırlanmış məhlulun alikvot hissəsi 25 ml-lik kolbaya keçirilir və üzərinə 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M R_2 əlavə edilərək cizgiyə qədər pH-5 lə durulaşdırılır və $\lambda=440$ nm dalğa uzunluğunda işıqdanması ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən alüminiumun miqdarı tapılır.

5.34. Alüminiumun (III) dəniz suyunda fotometrik təyini

5.34.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul alüminium (III) ionlarının 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazo-benzolla aa -dipiridilin (Ur) iştirakında qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinata molibden (VI) və

hafnium (IV) mane olur. Bu üsulda alüminiumun təyini intervalı 0,043–1,2 mkq/ml intervalındadır.

5.34.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolrimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzol reagenti
- urotropin aromatik amin
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.34.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımi miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlanılır. α -dipiridilin $1 \cdot 10^{-2}$ M məhlulu onun lazımi miqdarının spirtdə həll edilməsilə hazırlanılır.

5.34.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 3)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 3 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.34.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M alüminium məhlulunun hazırlanması

Alüminiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalın xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.34.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 2,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu,

1 ml $1 \cdot 10^{-2}$ M Ur məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 3 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda alüminiumun qatılığı və, ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.34.7. Nümunə götürülməsi və analiz aparılması

Xəzər dənizinin Türkan qəsəbəsi sahilindən götürülmüş 1 litr su nümunəsi qaynamamaq şərti ilə buxarlandırılır. Alınmış çöküntü 5 ml HNO₃-də həll edilərək, 50 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir və distillə suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırılır. Nümunədə Al-u təyin etmək üçün hazırlanmış nümunədən 2 ml götürülür, 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir və üzərinə 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M R₂, 0,8 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M Ur əlavə edilir və pH 3 ilə cizgiyə qədər durulaşdırılır. Alınmış rəngli məhlulun optiki sıxlığı 1 sm-lik küvetdə, $\lambda=440$ nm dalğa uzunluğunda, KFK-2 cihazında işıqudması ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən alüminiumun miqdarı tapılır.

5.35. Alüminiumun (III) sink əsəslı ərıntidə fotometrik təyini

5.35.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul alüminium(III) ionlarının bis-[2,3,4-trihidroksifenil-azo]benzidinlə α, α -dipiridilin iştirakında qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinatda molibden(VI) və hafnium(IV) mane olur. Bu üsulda alüminiumun təyini intervalı 0,087–1,860 mkq/ml intervalındadır.

5.35.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo]benzidin

- α, α' –dip. aromatik amin
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.35.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımi miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlanılır. α, α' –dipiridilin $1 \cdot 10^{-2}$ M məhlulu onun lazımi miqdarının spirtdə həll edilməsilə hazırlanılır.

5.35.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 2)

Qatı xlorid turşusu məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 2 olan bufer məhlul hazırlanır.

5.35.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M alüminium məhlulunun hazırlanması

Alüminiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalının xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.35.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 2,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu, 1 ml $1 \cdot 10^{-2}$ M α, α' –dipiridilin məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 2 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda alüminiumun qatılığı və, ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.35.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

Ərintidən 1 qram götürüb üzərinə 20 ml HCl və üzərinə 1-2 damcı HNO₃ töküüb, 50°C-də həll edilir. Alınmış məhlul 50 ml-lik kolbaya keçirilib, cizgiyə kimi distillə suyu ilə durulaşdırılır. Bu məhluldan 1 ml götürüb 25 ml-lik ölçü kolbasına tökülür, üzərinə 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ R, 1 ml $1 \cdot 10^{-3}$ 2,2 dip. məhlulu tökülür və pH 2 ilə cizgiyə kimi durulaşdırılır. Alınmış rəngli məhlulu qalınlığı 1 sm olan küvetə töküüb KFK-2 də 490 nm dalğa uzunluğunda, reaktiv fonun-

da optiki sıxlığı ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən alüminiumun miqdarı tapılır.

5.36. Qalliumun (III) vulkan mənşəli süxurlarda fotometrik təyini

5.36.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul qallium (III) ionlarının bis-(2,3,4-trihidroksifenilazo) benzidinlə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinatı indium(III) və sirkonium(III) mane olur. Bu üsulda qalliumun təyini intervalı 0,14–2,80 mkq/ml intervalındadır.

5.36.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolrimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- bis-(2,3,4-trihidroksifenilazo) benzidin reagenti
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.36.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımi miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlanılır.

5.36.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 2)

Qatı xlorid turşusu məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 2 olan bufer məhlul hazırlanır.

5.36.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M qallium məhlulunun hazırlanması

Alüminiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalın xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.36.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 2,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 2 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 490 nm-də ölçülür. Absis oxunda qalliumun qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.36.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

1 qram standart torpaq nümunəsi (SP-1, SP-2, SP-3) 15 ml HF+5 ml HNO₃ qarışığında qrafit putada 50-70°C-də həll edilir. Alınmış məhluldan HF-un artığını kənar etmək üçün məhlula yenedən 7-8 ml HNO₃ əlavə edilərək 60-70°C temperaturda qızdırılır və bu proses üç dəfə təkrarlanır. Alınmış bərk faza distillə suyunda həll edilərək 100 ml-lik kolbaya keçirilir. Standart nümunələrdə qalliumu fotometrik metodla təyin etmək üçün hazırlanmış məhlulun alikvot hissəsi 25 ml-lik kolbaya keçirilir və üzərinə 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M R₂ əlavə edilərək cizgiyə qədər pH-2 ilə durulaşdırılır və $\lambda=490$ nm dalğa uzunluğunda işıqlandırılması ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən qalliumun miqdarı tapılır.

5.37. Molibdenin içməli suda fotometrik təyini

5.37.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul molibden(VI) ionlarının piroqallol qırmızı ilə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gətirməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinatı titan 1:1 nisbətində mane olur. Bu üsulda molibdenin təyini intervalı 0,09-1,92 mkq/ml intervalındadır.

5.37.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

➤ Fotoelektrokolorimetr KFK-2 və ya digər marka

- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcısı
- Kolbalar 25, 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- Piroqallol qırmızı
- Setiltrimetilammonium bromid
- Sulfat turşusu
- Fosfat turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.37.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($5 \cdot 10^{-5}$ M) onun lazımi miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında 1:1 nisbətində spirt:su məhlulunda həll etməklə hazırlanır. 1 M H_3PO_4 məhlulu qatı H_3PO_4 məhlulundan uyğun həcm götürülərək hazırlanmışdır.

5.37.4. Molibden(VI) məhlulunun hazırlanması

Molibdenin $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu onun kimyəvi təmiz duzunu suda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.37.5. Dərəcəli grafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,05; 0,1; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 3,0 ml $5 \cdot 10^{-4}$ M reagent məhlulu və 4 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M setiltrimetilammonium bromid məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər 1,0 M H_3PO_4 məhlulu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 620 nm – də ölçülür. Absis oxunda molibdenin qatılığı ordinat oxunda isə məhlulun opatiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli grafik qurulur.

5.37.6. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması.

İcməli suda molibdenin miqdarını təyin etmək üçün götürülmüş su bir sutka ərzində saxlanılaraq durulaşdırılmışdır. Bu su nümunəsindən götürülmüş 1 litr su 2,5 ml sulfat turşusu (1:1) ilə turşulaşdırılmış və 100 ml-ə qədər buxarlandırılmaqla qatılaşdırılmışdır. Süzgəc kağızı ilə süzüləndən sonra bu məhluldan 2,0-8,0 ml alikvot hissə götürülüb 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilmişdir, üzərinə 3 ml $5 \cdot 10^{-4}$ M piroqallol qırmızı və 4 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M setiltrimetilammoni-

umbromid (STMABr) məhlulu əlavə etdikdən sonra 1 M H_3PO_4 məhlulu ilə cizgiyə qədər durulaşdırılmışdır. Hazırlanmış məhlulların optiki sıxlıqları molibdenin (VI) Mo (VI)-R₁-STMABr kompleksi şəklində təyin üçün qurulmuş dərəcəli qrafik şəraitində ölçülmüşdür.

5.38. Titanın (IV) pirit saxlayan dəyişkən tərkibli dioritdə fotometrik təyini

5.38.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul titan (IV) ionlarının piroqallol qırmızı ilə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gətirməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinatda molibden 1:1 nisbətində mane olur. Bu üsulda titanın təyini intervalı 0,09-1,92 mkq/ml intervalındadır.

5.38.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcısı
- Kolbalar 25, 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- Piroqallol qırmızı
- Setiltrimetilammonium bromid
- Sulfat turşusu
- Fosfat turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li
- Nitrat turşusu
- Flüorid turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı

5.38.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($5 \cdot 10^{-5}$ M) onun lazımı miqdarının tərzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında 1:1 nisbətində spirt:su məhlulunda həll etməklə hazırlanır. 0,5 M H_3PO_4 məhlulu qatı H_3PO_4 məhlulundan uyğun həcm götürülərək hazırlanmışdır.

5.38.4. Titan (VI) məhlulunun hazırlanması

Titanın $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalın sulfat və nitrat turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.38.5. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,05; 0,1; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 3,0 ml $5 \cdot 10^{-4}$ M reagent məhlulu və 4 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M setiltrimetilammonium bromid məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər 1,0 M H₃PO₄ məhlulu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 620 nm-də ölçülür. Absis oxunda molibdenin qatılığı ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.38.6. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

Pirit saxlayan dəyişən tərkibli dioritdə molibden və titanın təyini. Molibden(VI) və titanın(IV) STMABr iştirakında piroqallol qırmızısı ilə fotometrik təyini metodikaları Gədəbəy rayonundan götürülmüş dəyişən tərkibli diorit mineralında onların analizi üçün tətbiq edilmişdir. Diorit mineralında Si~70%, Cu~4% təşkil edir. Üç mineral nümunəsi analiz edilmişdir. Bunun üçün 1 q diorit nümunəsi qrafit butada flüorid, xlorid və nitrat turşuları qarışığında (8 ml HF+3 ml HCl+ 1 ml HNO₃) həll edilmişdir. Hazırlanmış mineral pastasının üzərinə 3-4 ml HNO₃ əlavə edilmiş və 50-60°C-də HF tam qovulana qədər qızdırılmışdır. Alınmış ağ çöküntü distillə suyunda həll edilərək süzülərək 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilmiş və distillə suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırılmışdır. Hazırlanmış məhluldan müxtəlif alikvot hissələr götürülərək 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilmiş və üzərinə tam kompleks əmələ gəlməyə uyğun miqdarda üzərinə 4 ml $5 \cdot 10^{-4}$ M piroqallol qırmızı və 4 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M STMABr tökülmüş və optimal turşuluğa malik 0,5 M H₃PO₄ məhlulu ilə durulaşdırılaraq optiki sıxlıqları fonunda 620 nm dalğa uzunluğunda ölçülmüşdür. Diorit mineralında Mo(VI) və Ti(IV)-in miqdarı əvvəlcədən qurulmuş dərəcəli qrafikdən tapılmışdır.

5.39. Kobalt (II)-nin içməli suda fotometrik təyini

5.39.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul kobalt(II) ionlarının bisasetilasetonetilendiimin ilə, 2-amino-4-nitrofenol-6-sulfoturşu iştirakında, qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gətirməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Bu üsulda kobaltın təyini intervalı 1,18-37,8 mkq/ml intervalındadır.

5.39.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcısı
- Kolbalar 25, 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- Bisasetilasetonetilendiimin
- 2-amino-4 nitrofenol-6-sulfoturşu
- NaOH məhlulu, 1M

5.39.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu (2 %-li) onun lazimi miqdarının tərəzidə çəkilərək 100 ml-lik ölçü kolbasında suda həll etməklə hazırlanır.

5.39.4. Kobalt (II) məhlulunun hazırlanması

Kobaltın $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu onun kimyəvi təmiz duzunu suda həll edilməsi ilə, məlum metodika üzrə, hazırlanır.

5.39.5. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 ml metal məhlulu və hər bir kolbaya 2,0 ml 2 %-li reagent məhlulu və 1,0 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M 2-amino-4-nitrofenol-6-sulfoturşusu məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər 1,0 M NaOH məhlulu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 364 nm – də ölçülür. Absis oxunda kobaltın qatılığı, ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.39.6. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması.

İçməli suda molibdenin miqdarını təyin etmək üçün 500 ml götürülmüş su 25 ml-ə qədər buxarlandırılır. Filtirat 100 ml-ə kimi distillə suyu ilə durulaşdırılır. Sonra bu məhluldan 2,0-5,0 ml alikvot hissə götürülüb 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilmişdir, üzərinə 2 ml 2 %-li bisasetilasetonetilendiimin və 1 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M aminonitrofenolsulfid turşusu (ANFST) məhlulu əlavə etdikdən sonra 1 MNaOH məhlulu ilə sizgiyə qədər durulaşdırılmışdır. Hazırlanmış məhlulların optiki sıxlıqları Co(II) -R-ANFST kompleksi şəklində təyin üçün qurulmuş dərəcəli qrafik şəraitində ölçülmüşdür.

5.40.Kobalt (II)-nin neftdə fotometrik təyini

5.40.1.Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul kobalt (II) ionlarının bisasetilasetonetilendiimin ilə, 2-amino-4nitrofenol-6-sulfoturşu iştirakında, qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gətirməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Bu üsulda kobaltın təyini intervalı 1,18-37,8 mkq/ml intervalındadır.

5.40.2.Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcısı
- Farfor kasa
- Kolbalar 25, 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- Bisasetilasetonetilendiimin
- 2-amino-4nitrofenol-6-sulfoturşu
- NaOH məhlulu, 1M

5.40.3.Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu (2 %-li) onun lazımi miqdarının tərəzidə çəkilərək 100 ml-lik ölçü kolbasında suda həll etməklə hazırlanır.

5.40.4. Kobalt (II) məhlulunun hazırlanması

Kobaltın $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu onun kimyəvi təmiz duzunu suda həll edilməsi ilə, məlum metodika üzrə, hazırlanır.

5.40.5. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 ml metal məhlulu və hər bir kolbaya 2,0 ml 2 %-li reagent məhlulu və 1,0 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M 2-amino-4 nitrofenol-6-sulfoturşusu məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər 1,0 M NaOH məhlulu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 364 nm – də ölçülür. Absis oxunda kobaltın qatılığı, ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.40.6. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

250 ml xam neft farfor kasaya keçirilir, üzərinə 5-10 ml qatı HNO₃ əlavə edilir. Kasa bağlı elektrik peçində, qaynamamaq şərti ilə qızdırılır. Alınmış qatı kütlə mufel peçində, 600-650°C-də 2-3 saat alışdırılır. Alınmış kül 10-15 ml HCl(1:1)-da həll edilir və 25 ml-ə kimi durulaşdırılır. Sonra bu məhluldan 1,0-5,0 ml alikvot hissə götürülüb 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilmişdir, üzərinə 2 ml 2 %-li bisasetilasetonetilendiimin və 1 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M ANFST məhlulu əlavə etdikdən sonra 1 M NaOH məhlulu ilə cizgiyə qədər durulaşdırılmışdır. Hazırlanmış məhlulların optiki sıxlıqları Co(II) -R-ANFST kompleksi şəklində təyin üçün qurulmuş dərəcəli qrafik şəraitində ölçülmüşdür.

5.41. Uranın (VI) dövlət standartı SQ-1A -nın tərkibində fotometrik təyini

5.41.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul uran (VI) ionlarının 2,3,4-trihidroksi-3'-nitro-4'-sulfo-azobenzolla setiltrimetilammonium bromidin iştirakı ilə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Bu üsulda uranın təyini intervalı 0,476–9,52 mqg/ml intervalındadır.

5.41.2. Cihazlar , qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolrimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 2,3,4-trihidroksi-3'-nitro-4'-sulfoazobenzolla (R₁)
- Setiltrimetilammonium bromid (R₂)
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.41.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulları ($1 \cdot 10^{-3}$ M R₁, $1 \cdot 10^{-2}$ M R₂) onun lazımi miqdarının tərzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlanılır. R₂ məhlulunun hazırlanmasında su-spirt qarışığı istifadə olunur.

5.41.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 3)

0,1 M NH₄OH və 0,1 M CH₃COOH məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 3 olan bufer məhlul hazırlanır.

5.41.5. $1 \cdot 10^{-2}$ M uran məhlulunun hazırlanması

Uranın $1 \cdot 10^{-2}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz UO₂SO₄·3H₂O duzunun distillə suyunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.41.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 3 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda uranın qatılığı, ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.41.7. Nümunənin götürülməsi və analiz aparılması

1 qram standart torpaq nümunəsi (SQ-1A) 15 ml HF+5 ml H₂SO₄ qarışığında qrafit putada 50-70°C-də həll edilir. Alınmış məhluldan HF-un artığını kənar etmək üçün məhlul 3-4 dəfə distillə suyu ilə yuyulur. Alınmış bərk faza HCl-da həll edilərək 100 ml-lik kolbaya keçirilir. Standart nümunələrdə uranı fotometrik metodla təyin etmək üçün hazırlanmış məhlulun alikvot hissəsi 25 ml-lik kolbaya keçirilir və üzərinə 2 ml 1·10⁻³ M R₁ və 0,6 ml 1·10⁻² M R₂ əlavə edilərək cizgiyə qədər pH-3 ilə durulaşdırılır və λ=440 nm dalğa uzunluğunda işıq dması ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən uranın miqdarı tapılır.

5.42. Skandiumun (III) dağ süxurlarında fotometrik təyini

5.42.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul skandium (III) ionlarının bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidinlə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinat Fe (III) və Al (III) mane olur. Bu üsulda skandiumun təyini intervalı 0,10-3,24 mkq/ml intervalındadır.

5.42.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrolimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidin reagenti
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.42.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımı miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında etanolda həll etməklə hazırlanılır.

5.42.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 3)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 3 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.42.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M skandium məhlulunun hazırlanması

Skandiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalının xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.42.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 3 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda skandiumun qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.42.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

Analiz üçün 2 q dağ süxuru nümunəsi götürülmüşdür. Nümunələr qrafit kasada 8 ml HF+3 ml HCl+1 ml HNO_3 qarışığında həll edilir. Alınmış kütlədən HF-i tam qovmaq üçün o, 60-70°C-də 3-4 ml HNO_3 -lə işlənir. Əmələ gələn çöküntü distillə suyunda həll edilərək filtr kağızından süzülüb 100 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir. Fotometrik təyinat zamanı analizə hazırlanmış nümunənin alikvot hissəsi 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir və üzərinə 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidin məhlulu əlavə edilərək cizgiyə qədər pH 3-lə durulaşdırılır və $\lambda=440$ nm dalğa uzunluğunda KFK-2 cihazında işıqudması ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən skandiumun(III) miqdarı tapılır.

5.43. Skandiumun (III) dəniz suyunda fotometrik təyini

5.43.1. Təyinatı və məhiiyyəti

Bu üsul skandium(III) ionlarının 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzolla qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinatə dəmir (III) və alüminium (III) mane olur. Bu üsulda skandiumun təyini intervalı 0,09-5,82 mkq/ml intervalındadır.

5.43.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolrimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzol reagenti
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.43.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımı miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında etanolda həll etməklə hazırlanılır.

5.43.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 3)

0,1 M NH₄OH və 0,1 M CH₃COOH məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 3 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.43.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M skandium məhlulunun hazırlanması

Skandiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalın xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.43.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 2 ml 1·10⁻³ M reagent məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 3 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda skandiumun qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.43.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

Analiz üçün 1 litr Xəzər dənizinin suyundan (Hövsan qəsəbə-sindən) götürülmüşdür. Qaynatmadan çöküntü alınana qədər su bu-xarlandırılır. Alınmış çöküntünü 5 ml HNO₃-də həll edib 50 ml-lik ölçü kolbasına keçirib cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Fotometrik təyinat zamanı analizə hazırlanmış nümunənin alikvot hissəsi 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir. Üzərinə 2 ml 1·10⁻³ M 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzol reagenti məhlulu və təyinata mane ola biləcək alüminium (III), üçvalentli və ikivalentli dəmiri (III) pərdələmək üçün 2 ml 1·10⁻³ M tiokarbamid məhlulu əlavə edib pH 3 ilə cizgiyə qədər durulaşdırılır və $\lambda=490$ nm dalğa uzunluğunda, 1 sm qalınlıqlı küvetdə KFK-2 cihazında işıqudması ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən skandiumun (III) mi-qdarı tapılır.

5.44. Skandiumun (III) karbonatsilikatlı torpaq nümunələrində (SQXM-3) fotometrik təyini

5.44.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul skandium(III) ionlarının difenilquanidin iştirakında bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidinlə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinata Fe (III) və Al (III) mane olur. Bu üsulda skandiumun təyini intervalı 0,05-2,52 mkq/ml intervalındadır.

5.44.2 Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidin reagenti
- difenilquanidin, $1 \cdot 10^{-2}$
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.44.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımı miqdarının tərzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında etanolda həll etməklə hazırlanılır.

5.44.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 3)

0,1M HCl məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 2 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.44.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M skandium məhlulunun hazırlanması

Skandiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalın xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.44.6. Dərəcəli grafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent və 1 ml $1 \cdot 10^{-2}$ M difenilquanidin məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 2 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda skandiumun qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.44.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

Analiz üçün 2,5 qram karbonatsilikatlı torpaq nümunəsi (SQXM-3) götürülmüşdür. Nümunələr qrafit kasada 10 ml HF+15 ml HCl+5 ml HNO₃ qarışığında həll edilir. Alınmış kütlədən HF-i tam qovmaq üçün 0, 50-60°C-də 3 dəfə təkrarlanmaqla 5 ml HNO₃-lə işlənir. Əmələ gələn çöküntü distillə suyunda həll edilərək filtr kağızından 50 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir. Fotometrik təyinat zamanı analizə hazırlanmış nümunənin alikvot hissəsi 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir və üzərinə 2 ml 1·10⁻³ M bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidin və 1 ml 1·10⁻² M difenilquanidin məhlulu əlavə edilərək ciz-giyə qədər pH 2 ilə durulaşdırılır və λ=490 nm dalğa uzunluğunda, 1 sm qalınlıqlı küvetdə KFK-2 cihazında işıqudması ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən skandiumun (III) miqdarı tapılır.

5.45. Skandiumun (III) Xəzəryanı açıq-şabalıdı standart torpaq nümunəsində fotometrik təyini

5.45.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul skandium (III) ionlarının diantipirilpropilmetan (DAPM) iştirakında bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] ben zidinlə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinata Fe (III) və Al (III) mane olur. Bu üsulda skandiumun təyini intervalı 0,05-4,67 mkq/ml intervalındadır.

5.45.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 25, 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidin
- diantipirilpropilmetan (DAPM)
- Nitrat turşusu, qatı

- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.45.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu və $1 \cdot 10^{-2}$ M dian-tipiril propilmetan (DAPM) məhlulları onların lazımi miqdarını tərzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında etanolda həll etməklə hazırlanılır.

5.45.4. 0,1 M HCl məhlulu (pH 2)

0,1 M HCl məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 2 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləş-dirilir.

5.45.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M skandium məhlulunun hazırlanması

Skandiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalının xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.45.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu və 1 ml $1 \cdot 10^{-2}$ M dian-tipirilpropilmetan (DAPM) və 1 ml $1 \cdot 10^{-2}$ M dian-tipirilfenilmetan (DAFM) məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 2 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların opti-ki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda skandiumun qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.45.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması.

Analiz üçün 2 qram (SP-3)-şabalıdı torpaq nümunəsi götürül-müşdür. Nümunəni 16 ml (qatı) HF + 5ml (qatı) HNO₃ +15 ml (qa-tı) HCl qarışığında həll edib, qrafit kasada 50^o-60^oC-də qızdırırlar. HF-in artığını qovmaq üçün çöküntüyə 3 dəfə 8 ml (qatı) HNO₃ əlavə olunur. Alınmış məhlulu distillə suyu ilə durulaşdırıb 25 ml-lik

ölçü kolbasına keçirib distillə suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırılır. Alınmış məhlulun alikvot hissəsini 25 ml-lik 2 ölçü kolbasına keçirilir. Birinci ölçü kolbasına 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo]benzidin reagenti 1 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M diantipirilpropilmetan (DAPM) məhlulu töküb pH 2 məhlulu ilə durulaşdırılır. İkinci kolbaya isə 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidin reagenti, 1 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M diantipirilfenilmetan (DAFM) məhlulu əlavə edib cizgiyə qədər pH 2 ilə durulaşdırılır. Məhlulların optiki sıxlığı $\lambda=490$ nm dalğa uzunluğunda $l=1$ sm qalınlıqlı kütətdə reagent+DAPM və ya reagent+DAFM fonunda KFK-2 cihazında ölçülür. Optiki sıxlığın təcrübi tapılmış qiymətinə əsasən skandium (III) miqdarı dərəcəli qrafikdən tapılmışdır.

5.46. Dəniz suyunda misin (II) fotometrik təyini

5.46.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul misin (II) 3-(2-hidroksi-3,5-disulfofenilazo)pentan-2,4-dionla qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinatda dəmir (III) ionu mane olur. Bu üsulda erbiyumun təyini intervalı 0,26–2,56 mkq/ml intervalındadır.

5.46.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolrimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 3-(2-hidroksi-3,5-disulfofenilazo)pentan-2,4-dion reagenti
- $1 \cdot 10^{-1}$ M tiomoçevina məhlulu
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı

5.46.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımi miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlanılır.

5.46.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 4)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uğyun həcmdə götürülərək pH 4 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.46.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M mis məhlulunun hazırlanması

Erbiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -ın kimyəvi təmiz duzunun qatı xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.46.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm^3 -lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm^3 metal məhlulu və hər bir kolbaya 3,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 4 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda misin qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.46.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

1 litr dəniz suyu qaynamamaq şərtilə buxarlandırılır. Alınmış çöküntü 3 ml HNO_3 -də həll edilərək 50 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir. Fotometrik metodla misi təyin edən zaman alınmış məhlulun alikvot hissəsi tutumu 25 ml olan kolbaya keçirilir, 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu, 1 ml $1 \cdot 10^{-1}$ M tiomoçevina məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 4 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də müqayisə məhluluna nisbətən ölçülür. Misin nümunədə miqdarı optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən hesablanır.

5.47. Tullantı suyunda misin (II) fotometrik təyini

5.47.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul misin (II) 3-(2-hidroksi-3,5-disulfofenilazo)pentan-2,4-dionla qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əsələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinatda dəmir (III) ionu mane olur. Bu üsulda erbiyumun təyini intervalı 0,26–2,56 mkq/ml intervalındadır.

5.47.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 3-(2-hidroksi-3,5-disulfofenilazo)pentan-2,4-dion reagenti
- $1 \cdot 10^{-1}$ M tiomoçevina məhlulu
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı

5.47.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımı miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlanılır.

5.47.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 4)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uğun həcmdə götürülərək pH 4 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.47.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M mis məhlulunun hazırlanması

Erbiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -ın kimyəvi təmiz duzunun qatı xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.47.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 3,5 ml 1·10⁻³ M reagent məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 4 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda misin qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.47.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

2 litr Azərneftyağ Neft Emalı Zavodundan götürülmüş tullantı suyu qaynamamaq şərti ilə buxarlandırılır. Alınmış çöküntü 5 ml HNO₃-də həll edilərək 50 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir. Fotometrik metodla misin təyin edən zaman alınmış məhlulun alikvot hissəsi tutumu 25 ml olan kolbaya keçirilir, 2 ml 1·10⁻³ M reagent məhlulu, 1 ml 1·10⁻¹ M tiomoçevinə məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 4 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də müqayisə məhluluna nisbətən ölçülür. Misin nümunədə miqdarı optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən hesablanır.

5.48. Nikel əsaslı ərintidə misin (II) fotometrik təyini

5.48.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul misin (II) 1-etoksi-2-(2-hidroksi-3,5-disulfofenilazo)butan-1,3-dionla qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinatda dəmir(III) ionu mane olur. Bu üsulda erbiyumun təyini intervalı 0,26–2,56 mkq/ml intervalındadır.

5.48.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrolimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 25,50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 1-etoksi-2-(2-hidroksi-3,5-disulfofenilazo)butan-1,3-dion
- Nitrat turşusu, qatı

- Xlorid tur şusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı

5.48.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımı miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlanılır.

5.48.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 5)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uğyun həcmdə götürülərək pH 5 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.48.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M mis məhlulunun hazırlanması

Erbiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -ın kimyəvi təmiz duzunun qatı xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.48.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 3,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 5 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də ölçülür. Absis oxunda misin qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.48.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

0,5 qram nümunə 10 ml H_2O , 4 ml HNO_3 , 12 ml HCl -də 70°C-də həll edilərək 50 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir. Fotometrik metodla misi təyin edən zaman alınmış məhlulun alikvot hissəsi tutumu 25 ml olan kolbaya keçirilir, 2 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 5 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 440 nm-də müqayisə məhluluna nisbətən ölçülür. Misin nümunədə miqdarı optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən hesablanır.

5.49. Dəmirin (III) alüminium əsaslı ərintidə fotometrik təyini

5.49.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul dəmir (III) ionlarının 2-[2-hidroksi-3,5-disulfofenilimin] pentanon-4-lə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gətirməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinatda Zr (IV), Hf (IV) mane olur. Bu üsulda dəmirin təyini intervalı 4,48-31,36 mkq/ml intervalındadır.

5.49.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcısı
- Kolbalar 25, 50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- Nitrat turşusu
- Xlorid turşusu
- Spirt, 96%-li

5.49.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-2}$ M) onun lazımı miqdarının tərzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında 1:1 nisbətində spirt:su məhlulunda həll etməklə hazırlanır.

5.49.4 .0,1 M Xlorid turşusu

5.49.5. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 s m³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 1,5 ml $1 \cdot 10^{-2}$ M reagent məhlulu və 1 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M diantipirilmətan məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər 0,1 M HCl məhlulu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 400 nm – də ölçülür. Absis oxunda dəmirin qatılığı, ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.49.6. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

Analiz üçün 4 müxtəlif alüminium əsaslı ərinti götürülmüşdür [(A 241-1 (Si 0,75%; Mn 0,60%; Fe 1,6%; Zn 3,7%; Cu 2,1%; Mg 0,75%; Pb 2,0% Al əsası), (A 241-2 (Si 0,90%; Mn 0,30%; Fe 1,1%;

Zn 4,0%; Cu 1,5%; Mg 0,50%; Pb 1,6% Al əsası), (A 241-3 (Si 1,4%; Mn 0,12%; Fe 0,3%; Zn 5,6%; Cu 1,1%; Mg 0,30%; Pb 0,85% Al əsası), (A 241-5x (Si 1,4%; Mn 0,2%; Fe 0,6%; Zn 5,0%; Cu 1,3%; Mg 0,45%; Al əsası)]. Analiz növbəti metodika üzrə aparılmışdır: 0,1 q nümunə 5 ml çar arağında həll edilmişdir (1:3 HCl:HNO₃). Sonra məhlul tutumu 100 ml olan kolbaya keçirilib və distillə suyu ilə cizgiyə kimi durulaşdırılmışdır. Alınmış məhluldan 1 ml götürüb 25 ml-lik kolbaya keçirib, 1,5 ml 1·10⁻² M R3, 1 ml 1·10⁻³ M DAM əlavə edilib və cizgiyə kimi pH 2 məhlulu ilə durulaşdırılır. Optiki sıxlıq $\lambda=400$ nm-də l=1 sm-lik küvetdə KFK-2 cihazında ölçülmüşdür. Fon hazırlamaq üçün tutumu 25 ml olan kolbaya 1,5 ml 1·10⁻² M R3, 1 ml 1·10⁻³ M DAM əlavə edilib və cizgiyə kimi pH 2 məhlulu ilə durulaşdırılmışdır.

5.50. Vulkan mənşəli süxur nümunələrində erbiumun(III) fotometrik təyini

5.50.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul erbium(III) ionlarının 2-(1-fenil-2,3-dimetilpirazolon-5-azo-4) naftalin-1,8-dihidroksi-3,6-disulfonatriumla setilpiridin-xlorid (SPX) iştirakında qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əsələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinata xrom(III) və vanadium(V) mane olur. Bu üsulda erbiumun təyini intervalı 0,67–6,68 mkq/ml intervalındadır.

5.50.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolrimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 25,50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 2-(1-fenil-2,3-dimetilpirazolon-5-azo-4)naftalin-1,8-dihidroksi-3,6-disulfonatrium reagenti
- setilpiridin-xlorid səthi-aktiv maddə
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı

- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.50.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagent məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımı miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlanılır. Setilpiridin-xloridin $1 \cdot 10^{-2}$ M məhlulu onun lazımı miqdarının spirtdə həll edilməsilə hazırlanılır.

5.50.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 6)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 6 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.50.5. $1 \cdot 10^{-1}$ M erbiyum məhlulunun hazırlanması

Erbiumun $1 \cdot 10^{-1}$ M qatılıqlı məhlulu $\text{Er}_2(\text{CO}_3)_3$ -in kimyəvi təmiz duzunun qatı xlorid turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.50.6. Dərəcəli grafikin qurulması

25 sm³-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 sm³ metal məhlulu və hər bir kolbaya 3,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu, 1 ml $1 \cdot 10^{-2}$ M SPX məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 6 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 490 nm-də ölçülür. Absis oxunda erbiyumun qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.50.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

5 qram süxur nümunəsi qrafit kasada 20 ml HF + 15 ml HCl + 5 ml HNO_3 qarışığında həll edilir. Alınmış qalıq 60-70°C-də HF tam qovulana kimi 4-5 ml HNO_3 ilə işlənir. Alınmış çöküntü suda həll edilir, tutumu 50 ml olan kolbaya filtirləşdirilir və cizgiyə qədər su ilə durulaşdırılır. Fotometrik metodla erbiyumu təyin edən zaman alınmış məhlulun alikvot hissəsi tutumu 25 ml olan kolbaya keçirilir, 3,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu, 1 ml $1 \cdot 10^{-2}$ M SPX məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 6 olan bufer məhlulla durulaşdırılır.

lır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 490 nm-də müqayisə məhluluna nisbətən ölçülür.

Erbiumun nümunədə miqdarı optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən hesablanır.

5.51. Titanın (IV) dəniz suyunda fotometrik təyini

5.51.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul titanın(IV) ionlarının 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzol və 1,10 fenontralinlə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinat qurğuşun (IV) və mis (II) ionları mane olur. Bu üsulda titanın təyini intervalı 0,05–1,92 mkq/ml intervalındadır.

5.51.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolrimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 25,50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzol reagenti
- 1,10 fenontralin məhlulu
- Nitrat turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.51.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagentlərin məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımi miqdarının tərzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında spirtdə həll etməklə hazırlanılır.

5.51.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 4)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 4 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.51.5. $1 \cdot 10^{-2}$ M titan (IV) məhlulunun hazırlanması

Titanın(IV) $1 \cdot 10^{-2}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalının nitrat və sulfat turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.51.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 ml-lik ölçü kolbalarına 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 ml metal məhlulu və hər bir kolbaya 3,0 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu, 0,2 ml fenontralin məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 4 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 490 nm-də ölçülür. Absis oxunda titanın qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.51.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

Xəzər dənizinin Sumqayıt şəhəri sahilindən götürülmüş 1/so nümunəsi qaynamamaq şərtilə buxarlandırılır. Alınmış çöküntü 5 ml HNO_3 -də həll edilərək, 50 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir və distillə suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırılır. Nümunədə Ti-ı təyin etmək üçün hazırlanmış nümunədən 0,5 ml götürülür, 25 ml-lik ölçü kolbasına keçirilir və üzərinə 3,0 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu, 0,2 ml fenontralin əlavə edilir və pH 4 ilə cizgiyə qədər durulaşdırılır. Alınmış rəngli məhlulun optiki sıxlığı 1 sm-lik küvetdə, $\lambda=490$ nm dalğa uzunluğunda, KFK-2 cihazında işıqudması ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən titanın miqdarı tapılır.

5.52. Vanadiumun(V) mədən torpağında fotometrik təyini

5.52.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul vanadiumun (V) ionlarının 2,3,4-trihidroksi-3'-sulfo-4'-nitroazo benzolla qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülmə-

sinə əsaslanır. Təyinat qurğuşun (IV) və miss (II) mane olur. Bu üsulda titanın təyini intervalı 0,51-2,04 mkq/ml intervalındadır.

5.52.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 25,50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar
- 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzol reagenti
- Triton X-114
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.52.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagentlərin məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımı miqdarının tərəzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında spirtdə həll etməklə hazırlanılır.

5.52.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 5)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 5 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.52.5. $1 \cdot 10^{-2}$ M vanadium(V) məhlulunun hazırlanması

Vanadiumun(IV) $1 \cdot 10^{-2}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalın nitrat və sulfat turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.52.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 ml-lik ölçü kolbalarına 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1 ml metal məhlulu və hər bir kolbaya 2,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu

məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 5 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 490 nm-də ölçülür. Absis oxunda titanın qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.52.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

5 qram standart maddə torpaq nümunəsi 15 ml HF+5 ml HNO₃ qarışığında qrafit putada 50-70°C-də həll edilir. Alınmış məhluldan HF-un artığını kənar etmək üçün məhlula yenidən 7-8 ml HNO₃ əlavə edilərək 60-70°C temperaturda qızdırılır və bu proses üç dəfə təkrarlanır. Alınmış bərk faza distillə suyunda həll edilərək 100 ml-lik kolbaya keçirilir. Standart nümunələrdə vanadiumu fotometrik metodla təyin etmək üçün hazırlanmış məhlulun alikvot hissəsi 25 ml-lik kolbaya keçirilir və üzərinə 2,5 ml 1·10⁻³ M reagent məhlulu əlavə edilərək cizgiyə qədər pH-5 lə durulaşdırılır və λ=490 nm dalğa uzunluğunda işıqudması ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən vanadiumun miqdarı tapılır.

5.53. Titanın(IV) maddə torpağında fotometrik təyini

5.53.1. Təyinatı və mahiyyəti

Bu üsul titanın (IV) ionlarının 2, 3, 4 - trihidroksi - 3' - sulfo - 4'-nitrozobenzol və triton x-114-lə qarşılıqlı təsiri nəticəsində kompleks birləşmə əmələ gəlməsinə və məhlulun optiki sıxlığının fotometrik ölçülməsinə əsaslanır. Təyinata qurğuşun(IV) və mis(II) mane olur. Bu üsulda titanın təyini intervalı 0,096–1,34 mkq/ml intervalındadır.

5.53.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Fotoelektrokolimetr KFK-2 və ya digər marka
- İonomer, İ-130
- Elektrik qızdırıcı
- Kolbalar 25,50, 100, 500, 1000 sm³
- Silindr, tutumu 100 sm³
- Kimyəvi stəkanlar

- 2,3,4-trihidroksi-3'-sulfo-4'-nitroazobenzol
- Triton X-114 məhlulu
- Nitrat turşusu, qatı
- Xlorid turşusu, qatı
- Flüorid turşusu, qatı
- Ammonyak, 25 %-li
- Sirkə turşusu, qatı
- Spirt, 96%-li

5.53.3. Reagentlərin hazırlanması

İşdə istifadə olunan reagentlərin məhlulu ($1 \cdot 10^{-3}$ M) onun lazımi miqdarının tərzidə çəkilərək 50 ml-lik ölçü kolbasında spirtdə həll etməklə hazırlanılır.

5.53.4. Ammonyak-asetat bufer məhlulu (pH 4,5)

0,1 M NH_4OH və 0,1 M CH_3COOH məhlulundan uyğun həcmdə götürülərək pH 4,5 olan bufer məhlul hazırlanır və məhlulun turşuluğu ionomerdə dəqiqləşdirilir.

5.53.5. $1 \cdot 10^{-2}$ M titan (IV) məhlulunun hazırlanması

Titanın (IV) $1 \cdot 10^{-2}$ M qatılıqlı məhlulu yüksək kimyəvi təmiz metalının nitrat və sulfat turşusunda həll edilməsi ilə məlum metodika üzrə hazırlanır.

5.53.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

25 ml-lik ölçü kolbalarına 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4 ml metal məhlulu və hər bir kolbaya 2,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M reagent məhlulu, 1,0 ml triton x-114 məhlulu əlavə edilir və cizgiyə qədər pH-ı 4,5 olan bufer məhlulla durulaşdırılır. Alınmış məhlulların optiki sıxlığı 490 nm-də ölçülür. Absis oxunda titanın qatılığı və ordinat oxunda isə məhlulun optiki sıxlığı qeyd olunaraq dərəcəli qrafik qurulur.

5.53.7. Nümunə götürülməsi və analizin aparılması

5 qram standart mədən torpaq nümunəsi 15 ml HF+5 ml HNO_3 qarışığında qrafit putada $50-70^\circ\text{C}$ -də həll edilir. Alınmış məhluldan HF-un artığını kənar etmək üçün məhlula yenidən 7-8 ml HNO_3 əlavə edilərək $60-70^\circ\text{C}$ temperaturda qızdırılır və bu proses üç dəfə təkrarlanır. Alınmış bərk faza distillə suyunda həll edilə-

rək 100 ml-lik kolbaya keçirilir. Standart nümunələrdə vanadiniu-
mu fotometrik metodla təyin etmək üçün hazırlanmış məhlulun ali-
kvot hissəsi 25 ml-lik kolbaya keçirilir və üzərinə 2,5 ml $1 \cdot 10^{-3}$ M
reagent məhlulu, 1,0 ml triton məhlulu əlavə edilərək cizgiyə qədər
pH-4,5-lə durulaşdırılır və $\lambda=490$ nm dalğa uzunluğunda işıqudma-
sı ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə əsasən dərəcəli qrafikdən vana-
diumun miqdarı tapılır.

5.54.İlkin qələvi məhlulunda sıxlığa görə natrium-hidroksidin təyini üsulu

5.54.1.Təyinatı və mahiyyəti

Üsul təzə qələvi və ilkin qələvi məhlulunun qatılığını təyin
etmək üçündür.

Metod natrium qələvisinin sıxlığını aerometrle təyin edilərək,
onda müvafiq sıxlığının faizlə cədvəldən tapılmasından ibarətdir.
Analiz arasındakı fərq 0,5 % -dən çox olmamalıdır. Analizin
müddəti 7 dəqiqədir.

5.54.2.Cihazlar, reaktivlər

1. Ümumi təyinatlı aerometrlər. DÜİST 18481-81E ölçü həddi
1,000-1,540 ölçü şkalasının qiyməti 1 kq/sm³.
2. Termometr DÜİST 2045-71 0-100°C şkala ilə.
3. Şüşə silindrlər 1-31/265 DÜİST 1770-74.

5.54.3.Analizin aparılması

Natrium qələvili məhlulunu, silindri əvvəlcə tədqiq edilən məh-
lulla yaxaladıqdan sonra, ora tökürlər. Məhlula termometr salıb,
məhlulu 20°C temperaturadək soyudurlar. Sonra aerometrle may-
enin yuxarı ölçü xəttinə görə məhlulun sıxlığı ölçülür. Aerometr si-
lindrin divarına toxunmamalıdır. Sıxlığa görə Na₂OH-in qatılığı
cədvəldən tapılır.

Natrium qələvisi məhlulunun sıxlıq qatılığı

20°C-də sıxlıq, q/sm ³	NaOH-ın kütlə payı, %	20°C-də sıxlıq, q/sm ³	NaOH-ın kütlə payı, %
1	2	3	4
1,000	0,16	1,270	24,64
1,005	0,60	1,275	25,10
1,010	1,04	1,280	25,56
1,015	1,49	1,285	26,02
1,020	1,94	1,290	26,48
1,025	2,39	1,295	26,94
1,030	2,84	1,300	27,41
1,035	3,29	1,305	27,87
1,040	3,74	1,310	28,33
1,045	4,20	1,315	28,80
1,050	4,65	1,320	29,26
1,055	5,11	1,325	29,73
1,060	5,56	1,330	30,20
1,065	6,02	1,335	30,67
1,070	6,47	1,340	31,14
1,075	6,93	1,345	31,62
1,080	7,38	1,350	32,10
1,085	7,83	1,355	32,58
1,090	8,28	1,360	33,06
1,095	8,74	1,365	33,54
1,100	9,19	1,370	34,03
1,105	9,64	1,375	34,52
1,110	10,10	1,380	35,01
1,115	10,55	1,385	35,50
1,120	11,01	1,390	36,00
1,125	11,46	1,395	36,49
1,130	11,92	1,400	36,99
1,135	12,37	1,405	37,49
1,140	12,83	1,410	37,99
1,145	13,28	1,415	38,49
1,150	13,73	1,420	38,99
1,155	14,18	1,425	39,49

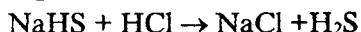
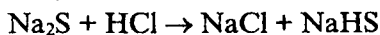
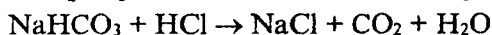
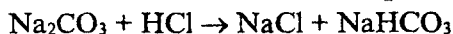
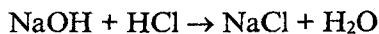
1,160	14,64	1,430	40,00
1,165	15,09	1,435	40,51
1,170	15,54	1,440	41,03
1,175	15,99	1,445	41,55
1,180	16,44	1,450	42,07
1,185	16,89	1,455	42,59
1,190	17,34	1,460	43,12
1,195	17,80	1,465	43,64
1,200	18,25	1,470	44,17
1,205	18,71	1,475	44,69
1,210	19,16	1,480	45,22
1,215	19,62	1,485	45,75
1,220	20,07	1,490	46,27
1,225	20,53	1,495	46,80
1,230	20,98	1,500	47,33
1,235	21,44	1,505	47,85
1,240	21,90	1,510	48,38
1,245	22,36	1,515	48,90
1,250	22,82	1,520	49,44
1,255	23,27	1,525	49,97
1,260	23,73	1,530	50,50
1,265	24,19		

5.55. Dövr edən qələvi və sulfidli-qələvili sularda duzların və ümumi, sərbəst, birləşmiş natrium hidroksidin təyini üzrə metodika

5.55.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika ümumi, sərbəst, birləşmiş natrium hidroksidin təyini, onun dövredən qələvi məhlulunda istifadə edilməsi dərəcəsi və sulfid-karbonatlı axıntı sularında duzları təyin etmək üçündür.

Metod indikator kimi PH-ı müxtəlif rəng keçidləri intervalına malik fenolftalein və metiloranq istifadə etməklə xlorid turşusu ilə qələvi məhlullarının titrlənməsinə əsaslanıb.



Fenolftaleinin rəngsizləşməsi bütün qələvi məhlulun və natrium-sulfidin yarısının neytrallaşması anı ilə üst-üstə düşür, məhlulda ancaq natrium-bikarbonat və natrium-sulfid qalır.

Metiloranqın rəngi Na_2CO_3 və Na_2S -in qalan hissəsi tam neytrallaşdıqdan sonra dəyişir.

Təyinatın səhvi $\pm 5\%$. Analiz müddəti 20 dəqiqə.

5.55.2. Qablar, reaktivlər

- Buretka 1-2-25, DÜİST 20292-74E.
- Kolba 1-250-29/32 QXS DÜİST 25336-82.
- Ölçü kolbası 2-250-2 DÜİST 1770-74E.
- Pipetkalar 7-1-10 DÜİST 20292-74E.
- Xlorid turşusu DÜİST 3118-77 0.1n.
- Metiloranj 0,1% suda məhlul.
- Fenolftalein DÜİST 5850-72, 1% -li spirtdə məhlul,
- DÜİST 4517-75.
- Natrium-hidroksid DÜİST 4328-77, 20%-li məhlul.
- Distillə suyu.

5.55.3. Tərkibində karbonat turşusu olmayan distillə suyunun hazırlanması

Kalonda distillə suyu qızdırılıb, 30 dəqiqə qaynadılır, sonra içərisinə şüşə boru salınmış tıxacla bağlanır. Şüşə çubuq rezin boru vasitəsilə 20 %-li NaOH və ya KOH məhlulu olan yuma şüşə qabı ilə birləşdirilir.

5.55.4. Analizin aparılması

5.55.4.1. Qələvi və qələvili-sulfidli axıntı sularının analizi. 10 sm³ analiz nümunəsini 250 sm³ ölçü kolbasına yerləşdirib, distillə suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırırıq. 10 sm³ alınmış nümunə məhlulunu 250

sm³ konusvarı kolbaya keçirib, 25-30 sm³ distillə suyu və fenolftalein damcısı əlavə etdikdən sonra rəngsizləşənədək 0,1 mol/dm³ qatılıqlı xlorid turşusu məhlulu ilə titrləyirlər. Titrleməyə sərf olunan turşunun həcmi «a» sm³ ilə işarə edirlər. Rəngsizləşmiş məhlula 2-3 damcı metiloranc əlavə edib, yenidən narıncı rəng alınanədək xlorid turşusu məhlulu ilə titrləyirlər.

Titrləməyə sərf edilən xlorid turşusu məhlulunun ümumi həcmi «b» sm³ ilə işarə edilir.

Analiz edilən nümunənin sıxlığı cədvəl 1 -dən tapılır. Təyinat 2 paralel nümunə ilə aparılır.

5.55.4.2. Nəticənin təhlili. Ümumi qələvinin NaOH kütlə payı (X₁) % və ümumi qələvinin NaOH qatılığı q/dm³ aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$X_1 = \frac{b \cdot 0,004 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10 \cdot d} = \frac{b}{d}$$

$$X_1 = \frac{b \cdot 0,004 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10} = 10b$$

Birləşmiş qələvinin (Na₂S və Na₂CO₃) kütlə payı (X₂) % -lə qatılıqla (X₃) q/dm³ bu düsturla hesablanır.

$$X_2 = \frac{2(b-a) \cdot 0,004 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10 \cdot d} = \frac{2(b-a)}{d}$$

$$X_2 = \frac{2(b-a) \cdot 0,004 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10} = 20(b-a)$$

$$a < (b-a) \quad X_2 = X$$

Sərbəst qələvinin kütlə payı (X₃) % -lə və qatılıqla (X₃) q/dm³ bu düsturla hesablanır.

$$X_3 = \frac{(2a-b) \cdot 0,004 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10 \cdot d} = \frac{(2a-b)}{d}$$

$$X_3 = \frac{(2a - b) \cdot 0,004 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10} = 10(2a - b)$$

$a < (b - a)$; $a = (b - a)$ olduqda X_3 yoxdur.

NaOH-ın istifadə edilmə dərəcəsi (X_4) %-lə bu düsturla hesablanır:

$$X_4 = \frac{2(b - a) \cdot 100}{b}$$

Ümumi qələvinin Na_2O kimi kütlə payı (X_5) %-lə və qatılıqla (X_5) q/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$X_5 = \frac{b \cdot 0,0031 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10 \cdot d} = \frac{0,775b}{d}$$

$$X_5' = 7,75b$$

Sərbəst qələvinin Na_2O kimi kütlə payı (X_6) %-lə və qatılıqla (X_6) q/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$X_6 = \frac{(2a - b) \cdot 0,0031 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10 \cdot d} = \frac{0,775(2a - b)}{d}$$

$$X_6 = \frac{(2a - b) \cdot 0,0031 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10} = 7,75(2a - b)$$

$a < (b - a)$

$a = (b - a)$ olduqda X_6 yoxdur.

burada:

- a - fenolftaleinlə titrləməyə sərf edilən 0,1 mol/dm³ qatılıqlı HCl turşusu məhlulunun həcmi;
- b - fenolftaleinlə və metiloranc ilə titrləməyə sərf edilən 1 mol/dm³ qatılıqlı xlorid turşusu məhlulunun cəmi həcmi;
- 0,004 - 1 sm³ HCl turşusuna ekvivalent NaOH-ın kütləsi;
- 0,0031 - 1 sm³ HCl turşusuna ekvivalent Na₂O-nun kütləsi;
- d - areometrlə tapılmış və ya cədvəl 5.12-dən təyin edilən sıxlıq.

5.56. İşlənmiş qələvi məhlulunda, ümumi qələvi və işlənmiş dərəcəsinin təyin edilməsi üzrə metodika

5.56.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika texnoloqun iş yerində işlənmiş qələviyə ekspress nəzarət üçündür.

Metod fenolftalein və metiloranjdan istifadə etməklə, qələvi məhlulları xlorid turşusu ilə titrləməklə alınmış nəticələr əsasında ümumi və işlənmiş qələvilərin qrafik təyin edilməsinə əsaslanmışdır.

5.56.2. Qablar, reaktivlər

- Buret 1-2-5, DÜİST 20229-74E.
- Kolbalar KH -1-250-29/32 TXS DÜİST 25336-82.
- Pipetlər 7-1-1 DÜİST 20292-74E.
- Ölçü silindri 1-50 DÜİST 1770-74E.
- Xlorid turşusu, 0,1n DÜİST 3118-77.
- Fenolftalein -1% -li spirtdə məhlul, DÜİST 5850-72
- Metiloranj - 0,1% suda məhlul.

5.56.3. Analizin aparılması

Konusvarı kolbaya, əvvəlcə məhlulla yaxaladıqdan sonra pipet ilə 1 sm³ analiz edilən qələvi məhlulu töküüb, 25-30 sm³ distillə suyu və 4-5 damcı fenolftalein damcısı əlavə edərək, rəngsizləşənədək 0,1n HCl turşusu məhlulu ilə titrləyirlər.

Titrləməyə sərf edilən turşunun həcmi «a» sm³ işarə edilir. Rəngsizləşmiş məhlulla 2-3 damcı metiloranj əlavə edərək, yenidən xlorid turşusu məhlulu ilə narıncı rəng əmələ gələnədək titrləyirlər. Titrləməyə sərf edilən turşunun ümumi həcmi «b» sm³ ilə işarə edilir.

5.56.4. Nəticələrin təhlili

Ümumi qələvinin kütlə payı (X₁) və qələvinin işlənmiş dərəcəsi %-lə, aşağıdakı düsturla hesablamaqla alınmış nomogramma görə tapılır.

$$X_1 = \frac{0,4 \cdot 3}{d}$$

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot X_2}{100}$$

$$X_4 = \frac{2(b-a)100}{b}$$

$$X_3 = X_1 - X_2$$

Burada:

- X_1 – ümumi qələvinin kütlə payı, %;
- X_2 – birləşmiş qələvinin kütlə payı, %;
- X_3 – sərbəst qələvinin kütlə payı, %;
- X_4 – qələvinin istifadə dərəcəsi, % kütlə;
- a – fenoltaleinlə titrləməyə sərf edilən xlorid turşusu məhlulunun (0,1N) həcmi, sm^3 ;
- b – fenoltalein və metiloranqla birgə titrləməyə sərf edilən HCl turşusu məhlulunun (0,1N) ümumi həcmi, sm^3 ;
- d – analiz məhlulunun sıxlığı q/sm^3 .

Nomoqramın sağ hissəsində, qələvinin müxtəlif işlənmə dərəcəsində «a» və «b» -nin bir sıra əsliliq ayrılıqları verilmişdir.

İşlənmiş qələvinin faizlə, axtarılan qiymətə müvafiq olan, əyriddə «a» və «b»-nin ekstrapolyasiya qiymətini tapırlar.

Ümumi qələvinin miqdarı absis oxunda «b»-nin ekstrapolyasiya ədədinin sol qrafikinə görə tapırlar. Məsələn, 1) $b = 30 sm^3$; $a = 18 sm^3$. İşlənmiş qələvinin miqdarı – 80 %. Ümumi qələvinin miqdarı – 10.0 %

2) $b=20 sm^3$; $a=10.5 sm^3$. İşlənmiş qələvi – 85 %. Ümumi qələvi – 7.3 %.

5.57. Dövr edən qələvi və sulfidli-qələvili sularda sulfidlərin təyini üzrə metodika

5.57.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika qələvili axıntı sularında və dövrdən qələvi məhlulunda sulfidli birləşmələri təyin etmək üçündür.

Təyinat əks yodometrik titrləmə metodu ilə həyata keçirilir.

Təyinat səhvi $\pm 5,0\%$ -dir.

Təyinat müddəti 25 dəqiqədir.

5.57.2. Qablar, reaktivlər

- Buret 4-1-25, DÜİST 20293-45.
- Kolba K_n1-250-29/32 TŞ DÜİST 25336-82.
- Xlorid turşusu DÜİST 3118-77 1n.məhlul.

- Yod DÜİST 4159-79 0,1n məhlul.
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ SEV 223-75 0,1n məhlul.
- Həll olan nişasta DÜİST 10163-76 suda 1% -li məhlul.
- Distillə suyu DÜİST 67-09-72.

5.57.3. Analizin aparılması

10 sm³ analiz nümunəsini 250 sm³ –lik ölçü kolbasına töküb, distillə suyu ilə cizgiyə qədər doldurub diqqətlə qarışdırırlar.

İki 250 sm³-lik konusvarı kolbaya 2 sm³ HCl turşusu və 50 sm³ yod məhlulu tökülür, kolbalardan birinə qarışdıraraq 10 sm³ distillə suyu (nəzarət təcrübəsi) töküb 10 dəqiqə qaranlıq yerdə saxlayırlar.

Hər iki kolbadakı reaksiyaya girməmiş yod, natrium-tiosulfatla titrlənir və titrləmənin sonunda 2 sm³ nişasta məhlulu əlavə edilir. Ekvivalentlik nöqtəsi məhlulun rəngsizləşməsinə görə təyin edilir.

Analiz iki paralel təcrübə ilə aparılır.

5.57.4. Nəticənin təhlili

Sulfidin kütlə payı (Y) %-lə və hidrogen-sulfidin kütlə qatılığı (Y₁) q/dm³ 1 və 2 düsturla hesablanır.

$$Y_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0017 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10 \cdot d} = \frac{0,425(V_1 - V_2)}{d} \quad (1)$$

$$Y_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0017 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10} = 0,425(V_1 - V_2) \quad (2)$$

Sulfidin mol qatılığı (Y₂) NaOH və Na₂O (Y₃) görə bu düsturla hesablanır:

$$Y_2 = \frac{Y_1}{34} \div \frac{X_1}{40} = \frac{4,25(V_1 - V_2) \times 40}{34,10b} = \frac{V_1 - V_2}{2b} \quad (3)$$

$$Y_3 = \frac{Y_1}{34} \div \frac{X_5}{62} = \frac{4,25(V_1 - V_2) \times 62}{34 \times 7,75b} = \frac{V_1 - V_2}{b} \quad (4)$$

burada:

V_1 - yoxlama təcrübənin titrinə sərf edilmiş $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -nun həcmi, sm³;

V_2 - analiz nümunəsinin titrinə sərf edilmiş $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ məhlulünün (0,1 mol/dm³) həcmi;

- 0,0017 – 1 sm³ tiosulfat məhluluna ekvivalent hidrogen-sulfidin kütləsi;
b – 0,1 mol/dm³ qatılıqlı xlorid turşusu məhlulunun cəmi həcmi;
*X*₁ – NaOH ümumi məhlulunun qatılığı, sm³;
*X*₅ – Na₂O – nun kütlə qatılığı (*X*₁ və *X*₅-in qiyməti EP-72-200 metodikası üzrə tapılır);
 34,62,40 – H₂S, Na₂O, NaOH-in molyar kütləsi.

Təyinat nəticəsi kimi iki paralel analizin orta hesabı qiyməti götürülür. Fərq ± 5 % -dən çox olmamalıdır.

5.58. Dövr edən qələvi və sulfidli-qələvili axınlarda efir və ya xloroformla ekstraksiya edilən üzvi maddələrin təyini üzrə metodika

5.58.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika qələvili axıntı sularında və dövr edən qələvi məhlulunda etil efiri və xloroformla ekstraksiya olan üzvi maddələrin təyin edilməsi üçündür.

Ekstraksiya olan üzvi maddələrin kütlə payı onların etil efiri və ya xloroformla çıxarılması, həlledicinin qovulması və çıxarılmış məhsulların kütləsinin təyin edilməsi üsulu ilə həyata keçirilir.

Təyinat səhvi ± 20% -dir. Təyinat müddəti 2 saatdır.

5.58.2. Qablar, reaktivlər

- Analitik tərəzilər VLA-200.
- Efiri qovma üçün kolbalar Qr-250-29/32 DÜİST 25336-82.
- Ayırıcı qıf tip VD 1 - 1000 və ya VD 3 – 1000 XS DÜİST 25336-82.
- Kağız süzəçlər «Göy lent» TU 6.09-1678-77.
- Etil efiri, tibbi.
- Xloroform DÜİST 20015-74.
- Na₂SO₄ susuz DÜİST 4166-76.

5.58.3. Analizin aparılması

5.58.3.1. Efirlə analizin aparılması. İki nümunə götürən tutuma 250–450 sm³ analiz məhlulu götürürlər. Nümunələri ayrılıqda diqqətlə qarışdırıb, bütün həcmi bütöv ayırıcı dərəcəli qıfa keçirirlər.

Nümunə götürən qabın hər birinə 25 sm³ efir töküb, divarını yaxalayıb efiri həmin qıfa boşaldırlar.

Hər qıfdakı efiri 3-5 dəqiqə çalxalayıb, dövrü surətdə qıfın kranını açmaqla efir buxarını bayıra çıxarırlar. Təbəqələrin ayrılması üçün qıfı ştativə bərkidirlər. Bundan sonra qələvi təbəqəsini nümunənin altından tutma, ekstraktı ilə kolbaya boşaldırlar. Nümunə yenidən ekstraksiya aparılan ayırıcı qıfa keçirilib 20 sm³ efir əlavə edilərək ekstaksiya təkrar edilir. Ümumi ekstraksiyanın sayı 3-dən az olmamalıdır. Ekstraksiya təzə efirlə rəngsiz məhsul alınanaqədək aparılır.

İçərisində ekstrakt olan kolbaya 5-10 qram susuz Na₂SO₄ (hər 100 sm³ ekstrakta) töküb, suyun çıxması üçün 1 saat saxlayırlar. Sonra ekstrakt, qovulmaq üçün süzgəclə (göy lent) kolbaya süzülür, əvvəlcədən 50°C-də quruducu şkafta kolba sabit çəkiyə gətirilir.

İçərisində Na₂SO₄ çöküntüsü olan kolba təmiz efirlə azca yuyulub, efiri qovmaq üçün kolbaya tökürlər. Efir 45-50°C temperaturda su hamamında qovulur. Efiri qovduqdan sonra kolbanı su hamamından çıxarıb, suya dəymiş çöl səthin üz örtüyünü silmək üçün 5 %-li HCl turşusu məhlulunda isladılmış süzgəc kağızı ilə silinir, sonra distillə suyu ilə yuyub, süzgəc kağızı ilə qurudulur. Efirin tam çıxması üçün kolbanı quruducu şkafta 30 dəqiqə 50°C-də qurudub, eksiksiyada soyudaraq 0,0002 qram xəta ilə analitik tərəzidə çəkirlər və təkrar qurutmaqla sabit çəkiyə gətirirlər.

5.58.3.2. Xloroformla analiz. İki nümunə götürən tutuma 450-250 sm³ analiz məhlulu götürülür. Nümunələri ayrılıqda qarışdırıb, hamısını kalibrli ayırıcı qıfa keçirirlər. Nümunə götürən tutumun hər birinə 250 sm³ xloroform töküb divarını yaxaladıqdan sonra həmin qıfa tökürlər. Hər qıfı 3-5 dəqiqə çalxalayıb, arada xloroformun buxarı çıxmaq üçün qıfın kranını açırlar. Təbəqələrin ayrılması üçün qıfı ştativə bərkidirlər. Bundan sonra üzvi təbəqəni kolbaya boşaldıb, qıfa 20 sm³ xloroform əlavə edib, ekstraksiyanı təkrar edirlər. Ümumi ekstraksiyanın miqdarı 3-dür, ekstraksiya rəngsiz məhsul alınanaqədək təzə xloroform ilə aparılır. Sonra ekstrakt 3.1. Bənddə olduğu kimi aparılır. Xloroformun qovulması və kolbanın sabit çəkiyə gətirilməsi 65°C-də aparılır.

5.58.4. Nəticələrin təhlili

Ekstraksiya olan üzvi maddələrin kütlə qatılığı (X) mq/dm³ bu düsturla hesablanır.

$$X = \frac{(m_1 - m) \cdot 1000}{v}$$

burada:

- m* – boş kolbanın çəkisi, qram;
- m*₁ – ekstraksiya edilən üzvi maddə ilə kolbanın kütləsi;
- v* – qramın mq ilə hesabı;
- 1000 – dm³-in sm³-lə ifadəsi.

Nəticə olaraq iki paralel təcrübənin orta hesabi qiyməti götürülür.

Fərq ± 20 % - dən çox olmamalıdır.

5.59. Dövr edən qələvi və qələvi sularda asılqan maddələrin təyini üzrə metodika

5.59.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika qələvili axıntı sularında və dövr edən qələvidə asılqan maddələrin təyin edilməsi üçündür.

Metod süzölmüş asılqan maddələrin kütləsinin təyin edilməsinə əsaslanıb. Səhv ± 15 %-dir. Müddəti 2 saatdır.

5.59.2. Qablar və reaktivlər

- Ölçü silindri 1-1000, DÜİST 1770-74E.
- Süzücü qıf tip VF – 1 – 32 – POR 100 TXS, DÜİST 25336-82.
- Avtomatik termorequlyatorlu quruducu ş kaf.
- Suşırnaq nasosu, DÜİST 25336-82.
- Eksikator 2-250, DÜİST 25336-82.
- Texniki İPS, DÜİST 9805-84.
- Benzol, DÜİST 3933-75.
- Həcmcə 1:1 nisbətdə spirt: benzol qarışığı.
- Fenolftalein, DÜİST 3850-72, 0,1 % suda məhlul.
- Distillə suyu, DÜİST 6709-72.
- Tubuslu kolba 1-500, DÜİST 25336-82.

5.59.3. Analizin aparılması

105-110°C-də sabit çəkiyə gətirilərək yuyulub qurudulmuş şüşə süzgəci cihaza bərkidirlər. Cihaz qıf, tubuslu kolba və suşırnaqlı nasosdan ibarətdir. Nümunəni diqqətlə tam qarışdırırlar, silindrlə həcmi ölçüb, şüşə süzgəcdən keçirirlər. Nümunəgötürən tutumu və silindri distillə suyu ilə yuyub, axıntı suyunu süzgəcdən keçirirlər. Süzmə qurtardıqdan sonra süzgəc fenoltaleinlə mənfi reaksiya verənədək distillə suyu ilə diqqətlə yuyurlar. Sonra çöküntü bir neçə dəfə 50°C-də su hamamında karbohidrogenlərin çıxarılması üçün qızdırılmış spirt-benzol qarışığında yuyulur. İçində çöküntü olan yuyulmuş süzgəci havada qurudub, sabit çəki alınanadək 105-110°C temperaturda quruducu şkafda qurudurlar.

5.59.4. Nəticələrin təhlili

Asılqan maddələrin kütlə qatılığı (X) mq/dm³ bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{(m_1 - m) \cdot 1000}{V}$$

burada:

m_1 - çöküntü ilə süzgəcin kütləsi, qram;

m - çöküntüsüz süzgəcin kütləsi, qram;

V - analiz nümunəsinin həcmi, sm³.

Təyinatın nəticəsi iki paralel təcrübənin orta qiyməti götürülür. Fərq 15% - dən çox olmamalıdır.

5.60. Yüksək temperaturda qaynayan piroliz məhsullarında mexaniki qarışıqın təyinatı üzrə metodika

5.60.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika yüksək temperaturda qaynayan dövredən piroliz məhlullarında mexaniki qarışıqların təyinedilməsi üçündür.

Metod nümunənin süzülməsi, həlledici ilə süzgəcdəki çöküntünün yuyulmasına və qurudulub çəkilməsinə əsaslanır.

5.60.2. Aparatlar, materiallar, reaktivlər

- Quruducu ş kaf və ya termostat. 105-110°C.
- Örtülü qızdırıcıya malik elektrik plitəsi
- Buxner qıfı 1, DÜİST 9147-73.
- Vakuum altında süzmək üçün kolba, DÜİST 25336-82.
- Eksikator DÜİST 25336-82.
- Ucluqlu hündür stəkanlar, V-1-600 TS, DÜİST 25336-82.
- Çəki üçün stəkan (büks), DÜİST 25336-82 SV-34/2.
- Şüşə çubuq 150-200 mm. küt ucluqlu.
- Tor 0045k, DÜİST 3584-073;
- Benzol, DÜİST 5955-75 və ya toluol, DÜİST 5789-69.

5.60.3. Analizə hazırlıq

Analiz edilən məhsulu 5 dəqiqə kolbada çalxalaya-çalxalaya onu 3/4 hissəsində d doldururlar. Parafinli özlü məhsulları əvvəlcə 40-80°C-dək qızdırırlar. Süzgəci (100 mm diametrli top) büksə qoyub quruducu ş kafda 105°C temperaturda 15 dəqiqədən az olmayan açıq qapaqla çəkmək üçün qurudurlar, sonra büksün qapağını ördükdən sonra soyudub eksikatora 30 dəqiqə soyudurlar və 0,0002 qram xəta ilə analitik tərəzidə çəkirlər.

5.60.4. Analizin aparılması

Nümunədən 100 qram götürüb onu qızdırılmış benzol və ya ikiqat miqdarda toluolda həll edirlər. Benzol və toluolu nümunənin həll olması üçün elektrik plitəsində qızdırırlar. Həllədicinin qaynamasına yol verilmir.

Qaynar məhlulu əvvəlcədən çəkilmiş süzgəc – tordan keçirirlər. 100 mm diametrli toru Buxner qıfına elə yerləşdirirlər ki, o qıfın divarlarına toxunsun, torun kənara çıxan uclarını qıfın yanına əyib rezin həlqə ilə sıxırlar. Buxner qıfı rezin tıxacla süzmək üçün kolbaya birləşdirilir. Məhlulu şüşə çubuqla tora boşaldırlar. Məhsul qalığını və ya bərk qarışığı (stəkanın divarına çökmüş) şüşə çubuqla silib, torun üzərini və ya toluolla yuyurlar.

Süzmə qurtardıqdan sonra çöküntü olan toru qaynar benzol və toluolla o vaxtadək yuyurlar ki, həllədicisi tam şəffaf və rəngsiz olsun. Yuma qurtardıqdan sonra çöküntü olan toru tərəzidə çəkmək üçün büksə doldurub, açıq qalaqla 10-15 dəqiqə 105°C-də

quruducu şkafda doldurub, sonra büksə qaynaqla bağlayırlar, eksikatora 30 dəqiqə soyudub, 0,0002 qram xəta ilə çəkirlər.

Analiz qurtardıqdan sonra toru benzol və toluolla yuyub mexaniki qarışıqdan təmizləyirlər. Təmizlənmiş toru 105°C-də 10-15 dəqiqə quruducu şkafda qurudub, soyudur və çəkirlər.

5.60.5. Nəticələrin təhlili

Mexaniki qarışıqların kütlə payı %-lə (X) bu düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \cdot 100$$

burada:

C_1 - büksün çəkisi;

C_2 - təmiz toru çəkmək büksün çəkisi, qram;

C_3 - məhsul nümunəsi, qram.

Mexaniki qarışıqların kütlə payı iki paralel sınağın orta qiyməti götürülür.

5.61. Yodometrik metoddla məhluldakı hidrazininin təyin edilməsi üzrə metodika

5.61.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika 0,1–0,2 % həddində hidrazininin qatılığının təyin edilməsi üçündür.

Təyinat qələvi mühitdə hidrazininin yodla qarşılıqlı təsirinə və reaksiyaya girməmiş yodun natrium-tiosulfat məhlulu ilə titrlənməsinə əsaslanıb.

Təyinatın xətası $\pm 10\%$ nisbətindən çox olmur.

5.61.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Konusvarı kolba, Kn tipli, kip tıxaclı, 250 sm³ DÜİST 25336-82.
- Buret, icra 1, 25 sm³, DÜİST 20292-74.
- Pipet icra 2, həcmi 5.25 sm, icra 6; 10 sm d.s. 2. DÜİST 20292-74.
- Texniki tərəzi, tip T-1 və ya eyniqiymətli, 0.01 qram dəqiqlikli.
- Yod, TŞ6-09-2540-72, 0.1 n. qatılıqda məhlul.
- Natrium-tiosulfat 0.1 n məhlul.

- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, 7%-li məhlul.
- NaOH, DÜİST 4328-77, 4% - li məhlul.
- Nişasta, DÜİST 10163-76, 0.5% məhlul.
- Distillə suyu, 6709-72.

5.61.3. Reagentlərin hazırlanması

Məhlulların hazırlanması üçün distillə suyu istifadə olunur.

5.61.3.1. Qələvi məhlulun hazırlanması. 4,0 qram quru natrium-hidroksidi konusvarı kolbaya töküüb, 96 sm³ distillə suyu əlavə edilərək, tam həll olanadək qarışdırırlar.

5.61.3.2. Turşu məhlulun hazırlanması. Pipet ilə 3.4 sm³ xlorid turşusu götürüb konusvarı kolbaya keçirib, 96 sm³ distillə suyu əlavə edərək qarışdırırlar.

5.61.4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Nümunə tıxacı olan təmiz quru qaba götürülür və dərhal analiz edilir.

5.61.5. Analizin aparılması

0,1 qram dəqiqliklə boş konusvarı kolba tərəzidə çəkilir, içərisinə 15 sm³ hidrazin məhlulu töküüb, həmin dəqiqliklə çəkilir. Pipet ilə 25 sm³ yod məhlulu, 1 sm³ qələvi məhlulu əlavə edilir (qələvi yoddan sonra əlavə edilməlidir, belə ki, yod qələvi ilə tez reaksiyaya girib, yodat əmələ gətirir ki, bu da nəticəni pisləşdirir). 2 dəqiqədən sonra 6 sm³ xlorid turşusu töküüb, yodun artığını natrium-tiosulfat məhlulu ilə titrləyirlər. Titrləmənin sonunda kolbaya 1-2-sm³ nişasta məhlulu töküüb, göy rəng yox olanadək titrləyirlər.

5.61.6. Nəticənin təhlili

Məhluldakı hidrazinin kütlə qatılığı (X) %-lə bu düstura əsasən hesablanır.

$$X = \frac{(a\Theta_1 - b\Theta_2) \cdot 0,003253 \cdot 100}{g}$$

burada:

- a* – analizə götürülən yod məhlulunun (0,1 mol/dm³) həcmi;
- Θ₁* – 0,1 mol/dm³ qatılıqlı yod məhlulunun düzəliş əmsali;
- b* – artıq yodun titrlənməsinə sərf edilən 0,1 mol/dm³ qatılıqlı natrium-tiosulfat məhlulunun həcmi;

- Θ_2 – 0,1 mol/ dm³ qatılıqlı natrium-tiosulfat məhlulunun düzəliş əmsali;
 0,003253 – 0,1 mol / dm³, 1 sm³ dəqiq yod məhluluna müvafiq hidrazinin kütləsi, qram;
 g – hidrazin məhlulunun kütləsi, qram.

Analizin nəticəsi kimi iki paralel təyinatın orta hesabı götürülür. Aradakı fərq $\pm 10\%$ nisbətindən çox olmur.

5.62. Məhlulda sulfat turşusunun qatılığının təyin edilməsi üzrə metodika

5.62.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika duru və qatı turşularda sulfat turşusunun kütlə payının hesablanması üçündür.

Metod metiloranj və ya metil qırmızı ilə metil-mavi indikatorları qarışığı iştirakında turşunun qələvi məhlulu ilə titrlənməsinə əsaslanır.

5.62.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Konusvarı Kn tipli kolba, icra 1 və 2 həcm 100, 250, 500 sm³ DÜİST 25336-82.
- Buret icra 1 və 2, həcm 25, 50 sm³ DÜİST 20292-74.
- Damcıladıcı icra 2, həcm 10 sm³, DÜİST 25336-82.
- Analitik tərəzi, dəqiqliyi 0,0005 qram.
- Texniki tərəzi dəqiqlik 0,1 qram.
- NaOH 0,5n məhlul.
- Metiloranj 0,1 % -li məhlul, DÜİST 10816-64.
- Metil-mavi TU 6-0.9-7875-75, 0.1 % -li spirtdə məhlul.
- Metil-qırmızı DÜİST 5853-51, 0.2 % -li məhlul (spirt).
- Distillə suyu DÜİST 6709-72.
- Texniki rektifikasiya edilmiş etil spirti DÜİST 18300-72.

5.62.3. Reagentlərin hazırlanması

Reagent məhlulları hazırlamaq üçün laboratoriya suyu istifadə edilir.

5.62.3.1. 0.1 %-li metiloranj məhlulu. 0.1 qram preparat 80 sm³ isti suda həll edilir, soyudulub, həcmi distillə suyu ilə 100 sm³-ə çatdırılır.

Rəng keçid intervalının pH 3.0-dən pH 4.4-dək dəyişməsi qırmızı rəngdən narıncı-sarı rəngədəkdir.

5.62.3.2. Qarışıq indiqator. Əvvəlcə 0.2 % metil-qırmızı məhlulu (spirt), sonra 0.1 metil göy (spirtdə) məhlulu hazırlanır və məhlulların bərabər həcmli qarışdırılır. Qarışıq intiqatorların rəng keçid intervalı pH 5.2-5.6 rəng dəyişməsi qırmızı-bənövşəyidən yaşıl dəyişir.

5.62.4. Nümunənin götürülməsi və analiz hazırlanması

Nümunə tıxacı olan təmiz yuyulmuş quru qaba toplanır.

5.62.5. Analizin aparılması

5.62.5.1. Qatı sulfat turşusunun analizi. 500 sm³ konusvarı kolbaya əvvəlcə 200 sm³ distillə suyu, 0.8 qram turşu tökülür. Nümunə analitik tərəzidə 0.0005 qram dəqiqliklə çəkilir və iki damcıladaçının fərqinə görə tapılır. Kolbanı qarışdırıb 2 damcı metiloranj və ya 5 damcı qarışıq indiqator əlavə edilir və natrium hidroksid məhlulu ilə titrlənir. Bu zaman metiloranjin rəngi qırmızıdan narıncı sarıya, qarışıq indiqatorun rəngi isə bənövşəyi-qırmızıdan yaşıl rəngə dəyişir.

5.62.5.2. Duru sulfat turşusunun analizi. 250 sm³, kip tıxacı konusvarı kolbaya 50 sm³ distillə suyu töküüb, 0.1 qram dəqiqliklə tərəzidə çəkir və 10 sm³ sulfat turşusu məhlulu töküüb yenidən həmin xəta ilə çəkirlər. Kolbanı qarışdırıb 2 damcı metiloranj və ya 5 damcı qarışıq indiqator əlavə edib qələvi ilə rəng dəyişməsi 5.1. bəndindəki kimi olanadək titrləyirlər.

5.62.6. Nəticənin təhlili

Sulfat turşusunun kütlə payı (X) %-lə bu düsturla hesablanır.

$$X = \frac{V \cdot 0,02452 \cdot 100}{g}$$

burada:

V – 0,5 mol / dm³ qatılıqlı natrium – hidroksid məhlulunun həcmi;

g – turşunun kütləsi, qram.

0.02452 – sulfat turşusunun kütləsi;

Təyinatın nəticəsi kimi iki paralel analizin orta hesabı götürülür. Fərq $15 \pm$ nisbətindən çox olmur.

5.63. İlkin məhlulda ammoniyakın qatılığının təyin edilməsi üzrə metodika

5.63.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika 1.2 % həddində ammoniyakın kütlə payını təyin etmək üçündür.

Metod ammoniyakın xlorid və sulfat turşusu ilə qarşılıqlı təsirinə və artıq turşunun metil qırmızı indikatoru iştirakında qələvi məhlulu ilə titrlənməsinə əsaslanıb. Təyinat xətası 5 % nisbəti təşkil edir.

5.63.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Konusvarı tipli kolba, icra 1. 250 sm³ DÜİST 25336-82.
- Buret, icra 1, 25; 50 sm³ DÜİST 20292-74.
- Pipetlər, icra 1, 2 sm³, DÜİST 20292-74.
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, 0.1n məhlul və ya sulfat turşusu DÜİST 4204-77, 0.1n. məhlul.
- Metil-qırmızı, DÜİST 5853-51, 0.1 %-li spirtdə məhlul.
- Natrium-hidroksid, DÜİST 4328-77, NaOH 0,1n məhlul.
- Distillə suyu DÜİST 6709-72.
- Spirt etil rektifikat, texniki DÜİST 18300-72.

5.63.3. Reagentlərin hazırlanması

Məhlul hazırlamaq üçün distillə suyundan istifadə edilir.

5.63.3.1. İndikator məhlulu. 0,1 qram metil-qırmızı indikatorunu 100 sm³ etil spirtində həll edirlər.

5.63.4. Nümunə götürülməsi və analizə hazırlıq

Nümunə təmiz yuyulmuş quru, kip tıxaclı qaba toplanır. Analiz dərhal aparılır.

5.63.5. Analizin aparılması

Konusvarı kolbaya büretdən 40 sm³ sulfat və ya xlorid turşusu töküb, pipet ilə 2 sm³ ammoniyak məhlulu, 2-3 damcı indikator

damcısı əlavə edib, turşunun artığını, məhlulun rəngi qırmızıdan sarı rəngə çevrilənə qədər natrium-hidroksid ilə titrləyirlər.

5.63.6. Nəticənin təhlili

Məhlulda ammonyakın kütlə payını (X) %-lə bu düstura görə hesablayırlar.

$$X = \frac{(a\Theta_1 - b\Theta_2) \cdot 0,001703 \cdot 100}{V \cdot \rho}$$

a – 0,1 n turşunun həcmi;

Θ_1 – turşu məhlulunun nominal qatılığına düzəliş əmsali;

b – artıq turşunun titrlənməsinə sərf edilən 0,1 n qatılıqlı qələvi məhlulunun həcmi;

Θ_2 – qələvi məhlulunun nominal qatılığına düzəliş əmsali;

V – analiz edilən ammonyakın həcmi, sm^3 ;

ρ – ammonyak məhlulunun sıxlığı, q/sm^3 .

0,001703 – ammonyakın kütləsi, qram;

Analizin nəticəsi kimi iki paralel analizin orta qiyməti götürülür. Fərq $\pm 5\%$ nisbətindən artıq olmur.

5.64. Sıxılmış karbohidrogenlərdə suyun miqdarının təyin edilməsi üzrə metodika

5.64.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika quruduculardan sonra etan-etilen (EEF) və propan-propilen fraksiyasında etilen və propilendə suyu təyin etmək üçünür.

Metod nümunədəki suyun həlledici ilə adsorbsiya edilib, əmələ gələn məhlulun fişer reaktivini ilə titrlənməsinə əsaslanır.

Titrləmənin son nöqtəsi elektrometrik təyin edilir. Metod suyun kütlə payı 0,001 %-dən az olmadıqda tətbiq edilir.

5.64.2. Aparatlar, reaktivlər və məhlullar

1. Fişer metodu ilə qazdakı suyu elektrometrik titrləmək üçün cihaz.

Belə cihaz olmadıqda analiz xüsusi laboratoriya qurğusunda aparılır. Qurğu şliffə yığılmalıdır. Birləşdirici borucuqlar şüşədən,

metaldan, politstrafluoretiləndən və ya butilkauçukdan hazırlana bilər.

Qurğunun tərkibinə daxildir:

1. Titrəmə üçün kolba, 250 sm³.
2. Maqnit qarışdırıcı tip EMA və ya 150-300 dövr / dəq sürətli digər tip. Qarışdırıcının kürəyi şüşə və ya polietilen boruya lehirlənməlidir.
3. Buret 7-2-10 DÜİST 20292-74.
4. Qaz sayğacı, tip TSB – 400, 1 dərəcəli.
5. Platin elektrodlar, diametr 0,6-1,5 mm, kolbanın üç uzunluğu 20 mm.
6. Su üçün pipet (ş.2)
7. Mikroşpris.
8. Mufel sobası.
9. Saniyə ölçən. DÜİST 5072-79.
10. Quruducu şaf 120°C-dək.
11. Həllədicilər, suyun kütlə payı 0,05 % çox olm.
12. Metanol – zəhərli DÜİST 6695-75, k.t və ya a.ü.t.g
13. Qaz quruducular.
A) Alminium-oksit DÜİST 8136-85. Al₂O₃
B) Na Cl susuz (anhidron).
V) P₂O₅
14. Fişer reaktivi.
15. Azot qazı, texniki, DÜİST 9293-74.
16. Silikagel indiqator DÜİST 8984-75.
17. Metanolda su məhlulu, aşağıdakı kimi hazırlanır:

0,3 sm³ suyu quru ölçü kolbasında (100 sm³) 0,0002 qram xəta ilə çəkib, məhlulun həcmi saxlanmış 20 dəqiqə 20°C-də termostatda metanol ilə xəttə qədər çətdirirlər və qarışdırırlar. Hazırlanmış məhlul Fişer reaktivi ilə hər dəfə titri təyin etdikdən sonra 20°C-də 20 dəqiqə termostatda saxlanır.

5.64.3. Ümumi tələblər

3.1. Fişer reaktivinin titrinin müəyyən edilməsi və suyun təyin edilməsi elektrometrik titrəmə metodu ilə aparılır.

3.2. İstifadə edilən bütün aparatlar, maksimal həddə susuzlaşdırmalı və havadan nəm düşməkdən mühafizə edilməlidir. Bunun üçün kip tıxaclı kolba və bükslər etil spirti və asetonla yaxalanır, 110°C-də termostatda qurudulur və eksikatora

anhidron və ya digər quruducu üzərində saxlayırlar. Buretkalar və pipetkalar istifadə etməzdən əvvəl etil spirti və asetonla yaxalayıb quru azot axınında qurudurlar. Cihazı quraşdırarkən mümkün qədər şlanq birləşmədən imtina etmək lazımdır.

3.3. Fişer reaktivinin dozası mümkün qədər tam dəqiq olmalıdır.

3.4. Cihazın kipliyi ilə yanaşı suyun Fişer reaktivi ilə titrənməsinin gedişinə platin elektrodların keyfiyyəti çox böyük təsir edir, hansı ki, nümunənin tərkibindən asılı olaraq həssaslığını itirə bilər.

Çirkələnmiş elektrodlar 10%-li nitrat turşusu məhlulu ilə reduksiya edilir, ardıcıl olaraq 10%-li ammonyaqla, su ilə, etil spirti ilə yaxalayıb hava axınında və ya azot axınında qurudulur.

3.5. Nəmliyin düşmə mənbəyi quruducular ola bilər. Onlar nəmlə tez doyurlar və onları tez-tez dəyişmək lazımdır. Növbə ərzində quruducu şkafda ehtiyat quruducuları közərdərək, şüşə quruduculardan istifadə etmək (sutkada 1 dəfə) məsləhət görülür.

5.64.4. Nümunə götürülməsi

4.1. Mikroqarışıqları, suyu təyin etmək üçün sıxılmış qazların və karbohidrogenlərin nümunələri PU-400, PU-50, PQO-400 və ya PQO-50 nümunə götürücülər ilə götürülür.

4.2. Nümunə götürücü quruducu şkafda 50-60°C-də qurudulmalıdır. Nümunə götürəni qızdırmaq və eyni vaxtda içində azot üfürməklə də qurutmaq olar. İlk dəfə götürülən nümunə götürücü ən azı bir sutka qurudulur. Analizlər arası fasilədə nümunə götürücü 1,5–2 saat qurudulur. Qurudulmuş nümunə götürücü bağlı ventildə otaq temperaturunadək soyudulur. Nümunə götürücünün quruma dərəcəsi quru azotla yoxlanılır. Azotun suda miqdarı onu nümunə götürücüdən əvvəl və sonra eyni olmalıdır. Azotda suyun kütlə payı Fişer metodu ilə təyin edilir.

4.3. Daşınan (əldə gəzdirilən) cihaz (reaksiya kolbası) qazın daxil olması üçün qurğu ilə təchiz edilib, qazın daxil olması üçün borunun ucu 0,5 mm-ə yaxın diametrə malik olmalıdır. Cihazın aşağı hissəsinə FKP tipli POR dərəcəli süzgec lehirlənməlidir.

Diqqətlə yuyulmuş cihaz quruducu şkafda qurudulur, soyudulur və 4.2. bəndində göstəriləndi kimi quruma dərəcəsi yoxlanılır.

4.4. Analiz üçün nümunə götürəndən necə verilsə, axından da o cür verilir, bunun üçün cihazın girişində birbaşa baypas qoyulur.

4.5. Axından analizə qaz götürdükdə kiçik uzunluqlu yüksək-legirli poladdan hazırlanan qaynaq borusundan istifadə edilir. Analizdən öncə boru əvvəlcə şəh nöqtəsi -50°C-dən çox olmayan quru qazla ən azı bir sutka qurudurlar. Analizlər arasındakı fasilələrdə, analiz edilən qaz ilə ən azı 4 dm³/dəq sürətlə borunu üfürürlər.

5.64.5. Analizə hazırlıq

5.64.5.1. 0,7-1,0 mq H₂O/sm³ titrli Fişer reaktivinin hazırlanması.

Fişer reaktivi iki butulkadan ibarət komplekt şəklində buraxılır: birincidə piridində SO₂ məhlulu, ikincidə isə metanolda yod məhlulu olur. 0.7-1 mq/ sm³ titrli Fişer məhlulu hazırlamaq üçün 1.2-1.5 dm³ tutumlu tünd şüşədən ibarət qaba 100 sm³ birinci butulkadan, 217sm³ ikinci məhluldan tökürlər. Sonra araya 683 sm³ qurudulmuş metanol töküb qarışdırdıqdan sonra bir sutka saxlayırlar. Bu müddət keçdikdən sonra reaktivi cihaza töküb, onun titrini müəyyən edirlər.

5.64.5.2. Fişer reaktivinin titrinin müəyyən edilməsi. Təyinat DÜİST 14870-77 üzrə aparılır, bu zaman ekvivalentlik nöqtəsini müəyyənləşdirmək üçün müvafiq elektrik sxemi olmalıdır. Fişer reaktivinin titrini təyin etməzdən əvvəl ekvivalentlik nöqtəsi üzrə qurğunun germetikliyi yoxlanılır, hansı ki, ən azı 3 dəqiqə durmalıdır. Titri müəyyən edərkən məhlulun qarışdırılma sürəti, analiz aparılanda olduğu kimidir.

Fişer reaktivinin titri suyun çəkisinə görə və ya metonolda suyun məhluluna görə müəyyənləşdirilir. Bu zaman pipet və tibbi şprisdən istifadə edilir.

5.64.5.2.1. Su nümunəsinə görə Fişer reaktivinin titrinin müəyyən edilməsi. Quru kolbaya titrləmək üçün susuz metanol tökür və Fişer reaktivini ekvivalentlik nöqtəsinədək titrləyirlər. Sonra pipetdən bir damcı su (0.001-0.004 qram) kolbaya titrləmək üçün tökülür. Damcıtokəni yenə çəkib, çəki fərqinə görə damcının çəkisini müəyyən edirlər. Kolbadakı məhlulu qarışdırır və Fişer reaktivi ilə ekvivalentlik nöqtəsinə qədər titrləyirlər.

Fişer reaktivinin titrini (T)-1 sm³ Fişer reaktivinə uyğun gələn suyun kütləsi mq-la bu düsturla hesablanır :

$$T = \frac{m \cdot 1000}{V}$$

burada:

m – su damcısının kütləsi, qram;

V – titrləməyə sərf edilən Fişer reaktivinin həcmi.

5.64.5.2.2. *Suyun metanolda məhluluna görə Fişer reaktivinin titrinin müəyyən edilməsi.* Titrləmə üçün quru kolbaya 10 sm³ metanolda su məhlulu töküb, Fişer reaktivi ilə ekvivalentlik nöqtəsinə qədər titrləyirlər.

Eyni vaxtda su məhlulunu hazırlamaq üçün tətbiq edilən, həmçinin 20°C-də termostatda saxlanan 10 sm³ metanolu titrləyirlər.

Fişer reaktivinin titri (T_1) mq H₂O/sm³-də bu düstur üzrə hesablayırlar.

$$T_1 = \frac{m \cdot 1000}{(V - V_1) \cdot 10}$$

Burada:

m – suyun metanolda məhlulunu hazırlamaq üçün götürülmüş suyun kütləsi;

V – 10 sm³ su məhlulunun titrinə sərf edilən Fişer reaktivinin həcmi, sm³;

V_1 – 10 sm³ metanolun titrinə sərf edilən Fişer reaktivinin həcmi, sm³.

Fişer reaktivinin titri mq/sm³ ilə hesablanır və analiz aparılmasından əvvəl birbaşa təyin edilir. Analizin nəticəsi kimi iki paralel təcrübənin orta hesabı götürülür, aradakı fərq 0.05 mq/sm³ çox olmalıdır.

5.64.6. *Analizin aparılması*

5.64.6.1. Stasionar qurğuda analizin aparılması. Analiz DÜİST 14870-77 üzrə aparılır, bu zaman: Titrləmə üçün hazırlanmış kolbaya susuz metanol yerləşdirirlər, bu vaxt elektrodlar tamamilə metanola batmalıdır. Analiz edilən qaz 5 dəqiqə kolbadan buraxılır. (1-2 dm³ / dəq. sürətlə). Sonra barboteldən əvvəl yerləşmiş üç qanad (troynik) ilə kolbaya qazı kəsirlər, baypas xətti ilə qaz axını kəsilmir. Fişer reaktivi ilə ekvivalentlik nöqtəsinədək titrləyirlər. Sonra yenidən kolbadan 30-60 dəqiqə 2 dm³/dəq-dək sürətlə qaz buraxılır, 100 dm³ etilen analizində və 50 dm³ propilen analizində və

ekvivalentlik nöqtəsində titr edilir. Analiz vaxtı kolbadan keçən qazın həcmi qazsaygacı ilə ölçülür.

5.64.6.2. Əldə daşınan cihazdan istifadə etməklə analizin aparılması. B. 4.3. və 4.2. üzrə hazırlanan cihaza qurudulmuş metanol töküüb, Fişer məhlulu ilə tarazlıq yarananaqəd titrəyirlər, şilifli tıxacı olan buret üçün olan xətti arakəsmə edib, çıxışdakı kranı bağlayır və cihazı nümunənin götürüldüyü yerə qoyurlar. $2 \text{ dm}^3/\text{dəqiqə}$ sürətlə analiz edilən qazın lazımı miqdarını buraxıb yeni cihazı stasionar qurğuya keçirib, içərisində Fişer reaktivi olan damcı salan daxil edib udulmuş reaksiya həcmi ilə nəmliyi titrəyir və titrləməyə sərf edilən Fişer reaktivinin miqdarı ölçülür.

A. Analiz üçün götürülən qazın həcmi: Etilenin analizində – 100; propilenin analizində – 50.

5.64.7. Nəticələrin təhlili

Suyun kütlə payı %-lə (X) bu düstura əsasən hesablanır.

$$X = \frac{V \cdot T}{V_1 \cdot g \cdot 10}$$

Burada:

V – analiz edilən qazın titrinə sərf edilən Fişer reaktivinin həcmi;

V_1 – analizə götürülən nümunənin həcmi, dm^3 ;

T – Fişer reaktivinin titri, mq/sm^3 ;

g – analiz edilən qazın sıxlığı: etilen – 1.25 q/dm^3 ; propilen – 1.87 q/dm^3 .

Analizin nəticəsi kimi iki paralel analizin orta hesabı götürülür, aradakı fərq cədvəle uyğun olmalıdır.

Cədvəl 5.13.

Suyun kütlə payı, %	Yol verilən fərq, %
0.001 – 0.005	20
0.005 – 0.02	10

Qeyd: Fişer reaktivi ilə işləyib qurtardıqdan sonra piridinin iyini yox etmək üçün sirkə turşusu ilə yoxlayırlar.

5.65.Şeh nöqtəsinə əsasən inert qazlarda nəmliyin miqdarının təyin edilməsi üzrə metodika

5.65.1.Mahiyəti və təyinatı

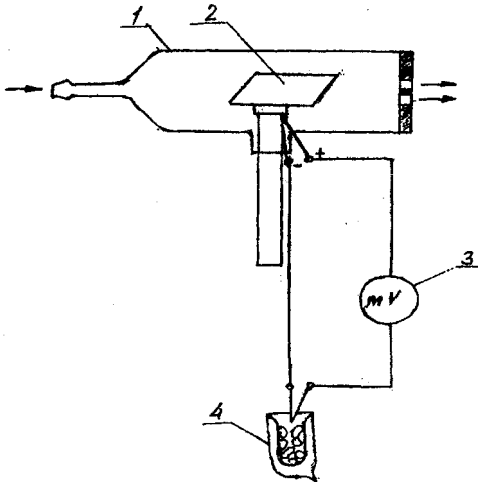
Metod tədqiq edilən qazı daim soyutmaqla su buxarının kondensasiya etməsi ilə başlanğıc temperaturunu təyin etməyə və güzgüdə dumanın yaranması momentinin tutulmasına əsaslanıb.

Güzgünün dumanlaşma vaxtı uyğun gələn milivoltmetrin göstəricisinə görə, bu cədvəldən müvafiq şəh nöqtəsinə, °C və su buxarının miqdarını, q/m³ tapırlar.

Analiz müddəti – 30 dəqiqə.

5.65.2. Cihazlar, aparatlar, reagentlər

1. Şeh nöqtəsinin təyin edilməsi üçün cihaz 1 mm qalınlıqlı nikkelləşdirilmiş mis güzgü və mis içlikdən (diametr: 10 mm, hündürlüyü 185 mm) ibarətdir.



Şəkil 5.1. Şeh nöqtəsinin təyin edilməsi üçün cihaz.

2. 0.7–1.0 m mis-konstantan termocüt. Termocütün isti lehim güzgünün aşağısından, içliyin yanında lehimlənilir. 40-50 mm diametrlı şüşə üçlüyün iki ucu 8-10 mm diametrlı boru ilə qurtarır və

qazın giriş və çıxışına xidmət edir. Mərkəzdəki uc 40 mm enində, 15 mm hündürlüyündə, güzgünü və termocüt naqillərini güzgüyə daxil etməyə və tıxacın köməyi ilə onları bərkitməyə xidmət edir. Cihaz stativə bərkidilir və yığılmış halda şəkil 5.1-də göstərilmişdir.

3. Millivoltmetr MP-18, şkala 0-3 mu.

4. Ölçü lupası.

5. Silindrik Dyuar qabı, həcm 0.25 dm^3 - 2 ədəd.

6. Reometr, tip RDS, DÜİST 9932-75 və ya $20-25 \text{ dm}^3$ / saat həddində qazın sərfini ölçən cihaz.

7. Aseton, DÜİST 2609-79.

8. Bərk karbonat turşusu, DÜİST 12162-77 və ya mənfi 70°C -dən aşağı temperatur üçün digər soyuducu qurğular.

5.65.3. Analizin aparılması

Cihaz aşağıdakı şəkildə işə hazırlanır:

Üçaxınlı şüşə borunun hər iki ucuna rezin borucuqlar geydirib, bir ucunu qazın mənbəyinə, digər ucunu qazın çıxışındakı termometrə birləşdirirlər. Nümunə götürülən nöqtədə kranı açıb cihazı güclü qaz axını ilə üfürürlər ki, troynikdəki hava çıxsın. Termocütlərin uclarını millivoltmetrin klemlərinə elə birləşdirirlər ki, ox sola meyl etsin. (hər təyinatdan qabaq, millivoltmetr sıfır nöqtəsinə gətirilir).

Termocütün bir lehimi şüşə cibə yerləşdirilib içində buz olan Dyuar qaba salınır.

Tədqiq edilən qazın üçlüyə $0.4 \text{ dm}^3/\text{dəq.}$ sürətlə daxil olmasını təmin edib, yavaşca güzgünün içliyini salırlar, onunla birlikdə termocütün ikinci lehimi içində soyuducu qarışıq olan (karbonat +aseton) Dyuar qaba salınır.

Qazı su buxarı kondensasiyaya başlayanadək və güzgüdə duman əmələ gələnədək buraxırlar, bu cihazı qaz mənbəyindən açırlar.

5.65.4. Nəticələrin təhlili

Nəmliyin kütlə payı q/m^3 cədvəl 1-dən tapılır.

Mənfi temperaturda şəhər nöqtəsinə görə nəmliyin miqdarının təyin edilməsi

mv	°C	Nəmin kütlə qat. q/m ³	mv	°C	Nəmin kütlə qat. q/m ³	mv	°C	Nəmin kütlə qat. q/m ³
1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	0	4,850	0,30	7,80	2,590	0,60	15,80	1,300
0,01	0,10	4,762	0,31	8,00	2,540	0,61	16,10	1,270
0,02	0,30	4,674	0,32	8,30	2,480	0,62	16,35	1,240
0,03	0,55	4,585	0,33	8,50	2,430	0,63	16,60	1,210
0,04	0,80	4,498	0,34	8,75	2,370	0,64	16,90	1,180
0,05	1,1	4,410	0,35	9,00	2,320	0,65	17,20	1,150
0,06	1,35	4,322	0,36	9,30	2,220	0,66	17,50	1,120
0,07	1,60	4,234	0,37	9,60	2,210	0,67	17,75	1,090
0,08	1,90	4,140	0,38	10,00	2,140	0,68	18,00	1,060
0,09	2,20	4,070	0,39	10,20	2,090	0,69	18,30	1,035
0,10	2,40	4,00	0,40	10,50	2,058	0,70	18,55	1,010
0,11	2,65	3,930	0,41	10,70	2,017	0,71	18,70	0,998
0,12	2,90	3,860	0,42	11,00	1,976	0,72	19,10	0,950
0,13	3,15	3,790	0,43	11,30	1,935	0,73	19,40	0,920
0,14	3,40	3,720	0,44	11,50	1,894	0,74	19,70	0,890
0,15	3,65	3,660	0,45	11,80	1,853	0,75	20,00	0,860
0,16	3,95	3,580	0,46	12,05	1,810	0,76	20,20	0,830
0,17	4,15	3,510	0,47	12,30	1,788	0,77	20,40	0,812
0,18	4,40	3,440	0,48	12,60	1,760	0,78	20,70	0,804
0,19	4,70	3,370	0,49	12,90	1,744	0,79	21,00	0,796
0,20	5,00	3,300	0,50	13,10	1,720	0,80	21,30	0,788
0,21	5,20	3,230	0,51	13,40	1,654	0,81	21,45	0,782
0,22	5,50	3,160	0,52	13,65	1,588	0,82	21,60	0,759
0,23	5,80	3,090	0,53	13,90	1,520	0,83	21,90	0,736
0,24	6,10	3,00	0,54	14,20	1,480	0,84	22,20	0,721
0,25	6,40	2,924	0,55	14,50	1,450	0,85	22,50	0,695
0,26	6,70	2,848	0,56	14,20	1,420	0,86	23,00	0,671
0,27	7,00	2,770	0,57	15,10	1,390	0,87	23,30	0,653
0,28	7,20	2,710	0,58	15,30	1,360	0,88	23,55	0,630
0,29	7,50	2,650	0,59	15,55	1,330	0,89	23,80	0,611
0,90	24,05	0,590	1,20	32,40	0,260	1,50	41,00	0,108
0,91	24,35	0,570	1,21	32,65	0,256	1,51	41,25	0,104
0,92	24,60	0,560	1,22	32,95	0,251	1,52	41,55	0,101
0,93	24,90	0,560	1,23	33,20	0,245	1,53	41,80	0,098
0,94	25,15	0,540	1,24	33,50	0,239	1,54	42,10	0,096
0,95	25,40	0,582	1,25	33,80	0,234	1,55	42,40	0,092
0,96	25,70	0,518	1,26	34,10	0,220	1,56	42,70	0,089

0,97	26,00	0,504	1,27	34,40	0,213	1,57	43,00	0,087
0,98	26,25	0,480	1,28	34,70	0,210	1,58	43,30	0,084
0,99	26,50	0,470	1,29	35,00	0,206	1,59	43,55	0,081
1,00	26,80	0,460	1,30	35,30	0,202	1,60	43,85	0,080
1,01	27,00	0,450	1,31	35,60	0,195	1,61	44,15	0,077
1,02	27,30	0,430	1,32	35,90	0,187	1,62	44,40	0,075
1,03	27,60	0,420	1,33	36,15	0,184	1,63	44,70	0,072
1,04	27,90	0,417	1,34	36,40	0,179	1,64	45,00	0,069
1,05	28,15	0,414	1,35	36,70	0,174	1,65	45,30	0,068
1,06	28,40	0,400	1,36	37,00	0,169	1,66	45,60	0,064
1,07	28,70	0,378	1,37	37,30	0,164	1,67	45,85	0,062
1,08	29,00	0,372	1,38	37,60	0,150	1,68	46,15	0,061
1,09	29,25	0,366	1,39	37,85	0,155	1,69	46,45	0,059
1,10	29,50	0,360	1,40	38,10	0,149	1,70	46,75	0,057
1,11	29,75	0,350	1,41	38,40	0,138	1,71	47,00	0,055
1,12	30,05	0,340	1,42	38,70	0,129	1,72	47,30	0,053
1,13	30,35	0,331	1,43	39,00	0,126	1,73	47,60	0,051
1,14	30,60	0,324	1,44	39,25	0,124	1,74	47,96	0,049
1,15	30,90	0,316	1,45	39,55	0,123	1,75	48,20	0,048
1,16	31,20	0,307	1,46	39,85	0,122	1,76	48,50	0,046
1,17	31,50	0,298	1,47	40,10	0,121	1,77	48,75	0,045
1,18	31,80	0,296	1,48	40,40	0,120	1,78	49,05	0,044
1,19	32,10	0,277	1,49	40,70	0,113			

Qeyd:

1. Təyinata butilenlərin miqdarı 8 % -dən çox olduqda maneçilik edir, belə ki, bu halda su buxarlarının kondensasiyası ilə yanaşı karbohidrogenlərin buxarının da kondensasiyası baş verir ki, bu da damcı şəklində güzgünün səthini örtərək, nəmin düşmə momentinin təyin edilməsinə mane olurlar.

2. Təyinatın dəqiqliyini artırmaq üçün lupadan istifadə etmək lazımdır.

3. Soyuducu qarışıq aşağıdakı qaydada hazırlanır: bərk karbonat turşusu, maye həlmişik alınadək içində metanol olan çini kasa tökülür. Hazırlanmış həlmişik qaşıqla Dyuar qabına tökülür. Qarışığın temperaturu mənfi 70°C-yə bərabərdir.

5.66. Tüstü qazlarında karbon 4-oksüd (CO_2), karbon 2-oksüd (CO) və oksigenin (O_2) təyin edilməsi üçün metodika

5.66.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metod tüstü qazlarında karbon-2 oksid, karbon-4 oksid və oksigenin %-lə miqdarını ayrıca təyin etmək üçündür.

Metodun mahiyyəti analiz edilən qazın ayrı-ayrı komponentlərinin maye reaktivlə seçilərək udulmasına əsaslanır.

Karbon 4-oksüd 33 %-li kalium qələvisi məhlulu ilə, oksigen piroqallor A qələvi məhlulu ilə, karbon 2-oksüd, beta-naftol əlavə etməklə, mis qatı sulfat turşusunda suspensiyası ilə udulur.

Komponentlərin faizlə miqdarı analiz edilən qaz nümunəsinin həcmnin azalmasının ölçməklə təyin edilir. Udulmadan sonra sınaq edilən qaz qarışığının həcmnin dəyişməsi ölçmə büretkasındakı hesabın fərqi ilə təyin edirlər.

5.66.2. Cihaz və reaktivlər

- Əl nasosu «Kamov»
- Qazanalizator, tip QXP – 100, DÜİST 6329-74.
- Kalium-hidroksid, DÜİST 24363-80: 33 %-li suda məhlul.
- Piroqallol A, DÜİST 6408-75.
- Sulfat turşusu DÜİST 4204-77.
- Beta-naftol (2 naftol -B), DÜİST 5835-79.
- CuO (mis 2-oksüd) DÜİST 16539-79.

5.66.3. Reagentlərin, məhlulların hazırlanması

5.66.3.1. Oksigeni udmaq üçün piroqallohun qələvi məhlulu. 20 qram mis 1-oksüd çini həvəngdəstədə 5-10 sm³ distillə suyunda həll edilir və 5-10 sm³ qatı sulfat turşusu tökülür. Bərkləşmiş hissəyə kiçik hissələrlə 50-60 sm³ sulfat turşusu əlavə edərək yenidən diqqətlə həll edilir. Alınmış kütləni 60 sm³ sulfat turşusu ilə stəkana yuyub tökürlər və daimi qarışdırmaqla oraya 30-40 qram beta-naftol əlavə edirlər. Sonra alınmış suspensiyamı şüşə qaba keçirib, sulfat turşusu ilə ümumi miqdarı 200 sm³-dək çatdırırlar, rezin və ya lifli şüşə tıxacla bağlayıb 1-1,5 saat çalxayıb və 1-2 gün sakit saxlayırlar. Bundan sonra suspensiya çöküntü ilə birbaşa uducu qaba dekante edirlər.

5.66.4. Cihazın işə hazırlanması

Cihazın bütün şüşə hissələri əvvəlcə aseton və ya xrom qarışığı ilə yuyulub təmizlənir. Cihazı yığmazdan əvvəl su ilə doldurub analitik tərəzidə çəkməklə daimi daraqların kapilyar fəzasının həcmi təyin edirlər. (Bu adətən 1.0 sm³-dən çox olmur). Hesabatı sadələşdirmək üçün buretə darağın tutumuna azaldılmış qazın həcmi toplayırlar, onda onun summar həcmi 100 sm³ təşkil edir. Bütün birləşdirmələr vakuum kauçuq borularla yerinə yetirilir. Bərabərləşdirici qaba xörək duzunun metiloranjla rənglənmiş doymuş məhlulunu (rassol) tökürlər. Uducu pipetkalar aşağıdakı qayda üzrə müvafiq reaktivlərlə doldurulur:

Birinci uducu pipetə– 33 % KOH, karbon-4 oksidi udmaq üçün;

İkinci uducu pipetə – oksigeni udmaq üçün piroqallol A-nın qələvidə məhlulu;

Üçüncü uducu pipetə – karbon-2 oksidi udmaq üçün mis-1 oksidin sulfat turşusunda suspenziyası.

Qıfı qabın qapağındakı boğazlığa qoyub, hər uducu ilə atmosfer arasında əlaqə yaradaraq reaktivləri uduculara doldururlar. Kran vasitəsi ilə tənzimlənir. Buretədəki və şüşə qabdakı maye tıxac bir səviyyədə qoyulur, buretin kranını döndərməklə birinci uducu pipetka ilə birləşdirilir və tədricən sıxacı şüşə qabı aşağı salmaqla reaktiv kapilyar uducunun xəttinədək çatdırır, sonra uducu qabın kranını bağlayırlar. Bu üsulla digər uducu pipetlərdə reaktiv xəttə qədər çatdırırlar.

5.66.4.1. Kipliyə yoxlanma. Darağın ucuna arakəsmə geydirib, tarazlaşdırıcı şüşə qaba salırlar. Buretədə əgər mayenin səviyyəsi sabit qalırsa və uducu pipetlərdə də səviyyə 5-10 dəqiqə müddətində hərəkətsiz qalırsa, onda cihaz kiptir.

Əgər cihazda boşluq varsa, onda buretədəki mayenin səviyyəsi tədricən azalacaqdır. Buraxmanın səbəbini müəyyən etmək üçün cihaz hissə-hissə kipliyə yoxlanılır. Əvvəlcə kranın birinci kapilyarını 60° döndərməklə bağlayırlar. Əgər bu vəziyyətdə cihaz kipliyə saxlayırsa, birinci kranı ikinci kranla kapilyarı bağlayıb, yenidən kipliyə yoxlayırlar. Beləliklə, növbə ilə kranları dalbadal bağlayaraq sizmanın səbəbini tapır və ləğv edirlər.

5.66.5. Qaz nümunəsinin götürülməsi

Tüstü qazlarından nümunə mis və ya kauçuk boru ilə birbaşa cihaza götürülür. Kauçukun bir ucu kranın çıxışından cihaza, digər ucu nümunə götürülən nöqtədən birləşdirilir. Kranın çıxışına «Kamov» nasosu birləşdirilir, nümunə götürülən xəttədən havanı çıxarmaq üçün 5 dəqiqə xətt üfürülür. Nasosu dayandırır və qaz nümunəsi götürülmə xətti daraqla birləşdirilir. Bərabərləşdirici şüşə qabı aşağı salıb büretə tüstü qazı götürür və sonra sıxıcı şüşə qabı qaldırmaqla onu atmosfərə çıxarırlar. Kranı döndərməklə darağı atmosferlə əlaqələndirirlər.

Əməliyyatı 3 dəfə təkrar edirlər. Sonra analizə 100 sm^3 -dən bir az çox tüstü qazı götürürlər. Bunun üçün sıxıcı şüşə qabı aşağı salıb, aparatı qaz mənbəyindən ayırırlar.

5.66.6. Analizin aparılması

Nümunə qazının təzyiqi atmosferlə əlaqələndirirlər. Bunun üçün əlaqələndirici şüşə qabda rassolun səviyyəsi ölçü büretinin şkalası sıfır bölgüsünə qoyulur. 1-2 dəqiqədən sonra qazın həcmi ölçülür. Qələvi pipetin kranı açılır, əlaqələndirici şüşə qabı qaldıraraq, qazı pipetə keçirirlər. Sonra şüşə qabı aşağı salaraq, qaz geriye büretə qaytarılır, bu vaxt qələvi məhlulu xəttən yuxarı qaldırılır. Qazı sabit həcm olanadək 4-5 dəfə keçirirlər. Axırınıcı dəfə qələvinin səviyyəsini düz kapilyarın xəttindək çatdırıb, pipetin kranını bağlayırlar, 1 dəqiqə müddətinə rassolu axıdır və qazın həcmi ölçülür. Sonra bu qayda ilə oksigeni təyin edirlər. Oksigen tam udulduqdan sonra, əgər CO-nu təyin etmək lazımdırsa, qazın qatılığı bir neçə dəfə qatı sulfat turşusunda mis-1 oksidin suspenziyası olan qaba keçirilir.

5.66.7. Nəticələrin təhlili

Ayrı-ayrı komponentlərin faizlə həcm payı (X) bu düstura əsasən hesablanır:

$$X = \frac{\Delta V \cdot 100}{V}$$

Burada:

ΔV - udulmadan sonra müəyyən edilən verilmiş komponentin verilmiş həcmi, sm^3 ;

V - analizə götürülən, sınaq qazının ilkin həcmi, sm^3 .

İki paralel analiz arasındakı fərq 0,2 %-dən çox olmamalıdır.

5.67.Çirkab sularında bixromat oksidləşmənin təyin edilməsi üzrə (OKU) metodika

5.67.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika suyun üzvi maddələrlə çirkənmə dərəcəsini təyin etmək üçündür.

Metod sulfat turşusu iştirakı ilə üzvi maddələrin kalium-bixromatla oksidləşməsinə əsaslanır. Oksidləşmənin tam getməsi üçün katalizator kimi gümüş-sulfat, həmçinin ortofosfat turşusu istifadə edilir. Qaynama müddəti 20 dəqiqədir.

Xloridlərin maneçilik təsiri, hər milliqram xlorid ionuna 22,2 mq iki-valentli civə sulfat üstəgəl 150-200 mq artıq civə sulfat götürülür. Tədqiq edilən suda əvvəlcə xlorid-ionlarının miqdarı analiz edilir. Oksidləşmədən sonra kalium-bixromatın artığını, fenilantranil turşusu indikatoru iştirakında Mor duzu məhlulu ilə titrləyirlər. Bixromatla oksidləşmə 1 dm³ sudakı üzvi maddələrin oksidləşməsinə sərf olunan oksigenlə (mq) ifadə edilir. OKU təyin etmək üçün bixromat metodu adətən OKU 100 mq O₂/dm³ qiymətə malik olduqda tətbiq edilir. 0.25 mol/dm³ kalium-bixromat məhlulunu 0.025 mol/ dm³ məhlulla əvəz edərək bu metod OKU-nı 20-100 mqO₂/dm³ həddində olduqda istifadə edilir. Fərq ± 10 %-dən çox olmur.

5.67.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- Yumru dibli Keldal tipli kolba, icra 1, həcm 250 sm³.
- Soyuducu, tip XŞ icra 1, gövdənin uzunluğu 300-400 mm, 29/32 konuslu, DÜİST 25336-82.
- Ölçü kolbası, icra 1, 2, həcm 100, 250, 1000 sm³,d.s.2. DÜİST 1770-74.
- Konusvarı kolbalar, tip Kn, icra 1, həcm 250 sm³ DÜİST 25336-82.
- Ölçü silindrləri, həcm 25, 50, 250 sm³,d.s.2. DÜİST 1770-74.
- Pipetlər, icra 2, həcm 2, 5, 10, 20, 25, 50 sm³ DÜİST 20292-74.
- Ayırıcı qıflar tip VD, icra 1, həcm 200, 500, 1000, 2000 sm³,d.s.2. DÜİST 25336-82
- Kimyəvi stəkan, icra V və N, icra 500 sm³ DÜİST 25336-82.
- Şüşə çubuqlar.
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, sıxlıq 1.84 q/sm³.
- Gümüş-sulfat TU 6-09-3703-74, «kt»

- Kalium-bixromat DÜİST 4220-75, «kt» 0.25 və 0.025 n məhlul.
- Mor duzu DÜİST 4208-72, «kt» 0.25 və 0.025 n məhlul.
- Civə 2 sulfat DÜİST 5558-50, «a.ü.t» və ya sarı civə 2-oksidi DÜİST 5230-74.
- Ortofosfat turşusu DÜİST 6552-58, «a.ü.t»
- Fenilantranil turşusu, TU 6-09-3592-74, «a.ü.t»
- Natrium-karbonat, DÜİST 8379, 0.2 % - məhlul.
- Ferroin və ya dəmir 2 sulfat DÜİST 4148-78.
- O-fenoltrolin.
- Difenilamikasulfanat, 2 %-li məhlul.

5.67.3. Reaktivlərin hazırlanması

5.67.3.1. Ferroin məhlulu. 0.75 qram $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 100 sm³ suda həll edilir, 1.49 qram o-fenantrolin əlavə edib, həll olanadək qarışdırırlar.

5.67.3.2. Fenilantranil turşusu məhlulu. 0.1 qram preparat 100 sm³ 0.2 %-li natrium-karbonat məhlulunda qızdırmaqla həll edilir.

5.67.3.3. Natrium difenilamino sulfat məhlulu. 0.5 qram preparat 100 sm³ suda həll edilir. Titrlemə vaxtı nümunəyə 1 damcı indiqator əlavə edilir. Rəng albalı-bənövşəyidən, qonur-yaşıla dəyişir.

5.67.3.4. Sulfat turşusunda gümüş-sulfat məhlulu. 20 qram gümüş-sulfat analitik tərəzidə çəkilir. Kəldal kolbasına tökülüb, ora 100 sm³ qatı H_2SO_4 əlavə edərək kolbanı əks soyuducuya birləşdirir və duz tam həll olanadək elektrik plitəsində qaynadırlar. Sonra kolbanın içindəkini soyudub 1 dm³ həcmli ölçü kolbasına keçirirlər. Kəldal kolbasının divarını qatı sulfat turşusu ilə yuyub, həcmi xəttə qədər çatdırırlar. Alınmış turşunun 10 sm³-də 0.2 qram gümüş-sulfat vardır.

5.67.3.5. Civə-sulfat duzunun məhlulu. 874 sm³ bidistillata 126 sm³ qatı sulfat turşusu əlavə edilir. Qarışdırdıqdan sonra məhlula 80 qram civə 2-oksidi əlavə edib şüşə çubuqla tam həll olanadək qarışdırırlar. 1 sm³-də ~ 0.11 q civə 2-sulfat məhlulu alınır.

5.67.4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

“Su nümunəsi, təmiz yuyulmuş quru şüşə qaba götürülür. Qab əvvəlcədən su nümunəsi ilə yaxalanır. Nümunənin hər 100 sm³-nə 2 sm³ H_2SO_4 əlavə etməklə nümunə saxlanılır. Əgər analiz həmin gün aparılırsa, nümunə saxlanılmır. Tərkibində çoxlu neft məhsulları olan su nümunəsi, ~ 25 sm³ qaynar bidistillə edilmiş suda isladılan

«ağ lent» süzgecindən keçirilir. Filtiratin ilk porsiyası (50-150 sm³) atılır. Əgər suda uducu və ya havanın oksigeni ilə oksidləşən maddələr olarsa, süzgecdən süzməni, uzunmüddət durulma (çökmə) ilə əvəz edirlər. Nümunəni çalxayıb, ayırıcı qıfa töküüb, ayrılmağa qoyurlar. Aşağıdan ~15 % su boşaldıb atırlar. Növbəti su porsiyasını təmiz qaba boşaldıb, ayırıcı qıfda, ilkin həcm 15 % qədər su qoyaraq, atırlar. Nümunədə xeyli miqdarda karbohidrogen fazası olduqda, onu çökdürməklə ayırıcı qıfda ayırırlar. Su fazası (aşağı qat) təmiz quru qaba boşaldılır, XPK təyin edilir, karbohidrogen qat atılır.

5.67.5. Analizin aparılması

Çox çirкли suyu, analizdən qabaq durulaşdırırlar ki, oksidləşməyə əlavə edilən bixromatin 50 % qədər (çox olmamaqla) səf edilsin. 4. bəndə uyğun hazırlanmış nümunədən 50 sm³ götürüb, qaynatmaq üçün yumrudibli kolbaya tökürlər, xlorid-ionlarının mane törədici təsirini aradan qaldırmaq üçün, civə-sulfatın hesablanmış miqdarını, 25 sm³ kalium-bixromat məhlulu, 10 sm³ gümüş-sulfatın sulfat turşusunda məhlulu və 10 sm³ ortofosfat turşusu əlavə edilir. Qarışığı qarışdırır və ehtiyatla 60 sm³ qatı sulfat turşusu tökürlər. Bir neçə şişə muncuq və ya pemza tikələri daxil edirlər. Qarışıq diqqətlə qarışdırılır, kolba əks soyuducuya birləşdirilir, yüngülcə qaynayana qədər qızdırılır və 20 dəqiqə müddətində qaynadırlar. Qaynamadan sonra kolba soyuducu ilə birlikdə plitədən götürülür, 20-30 dəqiqə müddətində soyudulur. Sonra soyuducu bidistillatla yuyulur və kolba soyuducudan ayrılır. Reaksiya məhsulu, 500 sm³-lik ölçü kolbasına keçirilir, kolbanın divarları 3-4 dəfə budistillatla yuyulur, ümumi həcm 350 sm³-ə çatdırılır. 2-3 damcı ferron və ya 2 damcı fenilntranil turşusu əlavə edib Mor duzu ilə titrlənir. Bu zaman rəng ferranda solğun-mavidən qırmızıyadək, fenilntranildə qırmızı-bənövşəyidən qonur-yaşılədək dəyişir. Paralel olaraq dəyişir.

5.67.6. Nəticələrin təhlili

Oksigenin kimyəvi udulması (XPK və ya OKU) bu düsturla hesablanır:

$$XPK(OKY) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot \Theta \cdot 8 \cdot 1000}{C}$$

Burada:

- V_1 - boş təcrübəyə sərf edilən Mor duzu məhlulunun həcmi, sm^3 ;
 V_2 - analiz suyunun titrlənməsinə sərf edilən Mor duzunun məhlulunun həcmi, sm^3 ;
 C - Mor məhlulunun nominal qatılığı;
 Θ - düzəliş əmsali;
 V - analiz suyunun həcmi, sm^3 .
 δ - oksigenin ekvivalent kütləsi;

Analizin nəticəsi kimi iki paralel təcrübənin orta hesabı götürülür, fərq ± 10 çox olmur.

5.68.Çirkab sularında oksigenin biokimyəvi istehlakının (OBİ-BPK) təyin edilməsi üzrə metodika

5.68.1. Təyinatı və mahiyyəti

Oksigenin biokimyəvi istehlakı (OBİ-BPK) 1 dm^3 suda olan üzvi maddələrinin biokimyəvi oksidləşməsi milliqramla miqdarını bildirir.

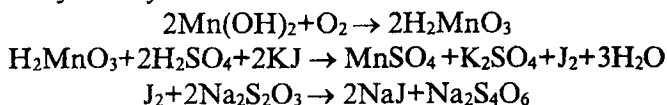
OBİ-nin təyin edilməsi metodlarından ən geniş tətbiq olunanı durulaşdırma metodudur.

Durulaşdırma metodu su hövzəsində təbii durulma şəraitini daha yaxşı əks etdirir və buna görə də əsas metod sayılır.

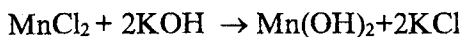
Bu kəmiyyət nümunənin götürüldüyü an ilə müəyyən vaxt aralığı keçdikdə (5,10, 20 sutka) oksigenin miqdar fərqi kimi təyin edilir.

Suda oksigenin təyini manqan 2-hidroksidli qələvi mühitdə yüksək valentlik birləşməyə oksidləşməsi, suda həll olan oksigenlə miqdarı olaraq rəbitəyə girən və sonra turş mühitdə kalium yod ilə ekvivalent miqdarda oksigenlə rəbitəyə girib oksidləşdirərək ekvivalentli birləşməyə keçirməsinə əsaslanır. Bu zaman ayrılan yod natrium-tiosulfat məhlulu ilə titrləməklə təyin edilir.

Reaksiya tənliyi belədir.



Manqan 2-hidroksid suya əlavə edilmiş manqan duzları və qələvinin qarşılıqlı təsiri nəticəsində alınır:



5.68.2. Maneçilik törədən amillər

OBI-nin təyin edilən kəmiyyəti nümunə götürülən və onun işləndiyi dövrdə nümunədə baş verən proseslərdən aşağıdır. Bu müddət nə qədər çox olarsa tapılan kəmiyyət həqiqətən daha çox kənara çıxacaqdır. Buna görə də götürülən nümunə dərhal işlənməlidir. Əgər nümunə götürüldüyü günü analiz etmək qeyri-mümkün olarsa onu 3-4°C-də soyuducuda saxlayırlar ki, nümunədə biokimyəvi proseslər çox minimal sürətlə baş verir və ən gec 24 saata işləyirlər.

Tərkibində turşu və ya qələvi olan çirkab suyu əvvəlcə 7-dəqiqə ya 1 mol/dm³ natrium qələvisi, ya da 1 mol/dm³ sulfat turşusu məhlulu əlavə etməklə neytrallaşdırılmalıdır.

Neytrallaşdırma üçün lazım olan reaktivin həcmi çirkab suyun ayrıca hissəsini bromtimol-göy ilə titrləməklə tapırlar.

Təmizlənmiş çirkab suyunda OBI-nin təyin etdikdə, əgər o xlor və ya xlorlu əhənglə işlənibsə, əvvəlcədən «aktiv xlorun» artığını kənar etmək lazımdır. Adətən bunun üçün suyu 1-2 saat dincə qoyurlar.

«Aktiv xlor»-un artıq hissəsinin qatılığı yüksək olduqda onu natrium-sulfitlə reduksiya etmək lazımdır. Bunun üçün ayrıca su nümunəsi götürülür, qatı sulfat turşusu ilə turşulaşdırıb, nişasta məhlulu əlavə edir və ayrılan yodu 0.02 mol/dm³ natrium sulfit məhlulu ilə titrləyirlər.

5.68.3. Avadanlıqlar və reaktivlər.

- 20°C-yə qurulmuş termostat, kənara çıxma $\pm 1^\circ\text{C}$.
- İnkubasiya üçün kalibrli şüşə qab.
- Tubuslu şüşə qab, icra 1, həcm 2, 3, 5, 10 sm³, DÜİST 25336-82.
- Silindrlər, icra 1, həcm 25 və 50 sm³, DÜİST 1770-74.
- Kolbalar, icra 2, həcm 100, 500, 1000 sm³, d.s. 2, DÜİST 1770-74.
- Kolbalar tip Kn, icra 1, həcm 500, 1000 sm³, d.s. 2, DÜİST 25336-82.
- Pipetlər icra 1, həcm 1, 2, 5, 10 sm³ və icra 4, həcm 1, 2, sm³ DÜİST 20292-74.
- Kalium dihidrofosfat, DÜİST 4198-75.
- Kalium-hidrofosfat, DÜİST 2493-75.

- Natrium-hidrofosfat (7 və ya 10 H₂O), DÜİST 4172-76.
- Ammonium-xlorid, DÜİST 3773-72.
- Maqnezium sulfat 4 H₂O, DÜİST 4523-77.
- Kalsium xlorid, DÜİST 4460-77.
- FeCl₃, 6 H₂O, DÜİST 4147-74.
- Metil-göy.
- Manqan-xlorid, DÜİST 612-75 və ya manqan-sulfat, DÜİST435-77, doymuş məhlul.
- Kalium-yodid, DÜİST 4232-74.
- Kalium-hidroksid, DÜİST24763-80, 1n. məhlul və ya NaOH, 1 n. məhlul.
- Sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, ρ - 1.84 q/sm³ və 0.1 n. məhlul.
- Na₂S₂O₃ x 7H₂O 0.01 n. məhlul. St SEV 223-757
- Na₂S₂O₃ x 7H₂O 0.02 n. məhlul.
- Həll olan nişasta, DÜİST 10163-76, 0.5 % məhlul.
- Bromtimol göy, TU 6-09-2086-77.
- Kalium permanqanat (KMnO₄) 0.1 n. məhlul.
- Natrium-oksalat, 0.5 % məhlul, DÜİST 5839-77.

5.68.4. Məhlulların hazırlanması

5.68.4.1. Durulaşdırıcı suyun hazırlanması üçün məhlullar.

5.68.4.1.1. *Fosfat-bufer məhlulu* pH=7.2.. 8.5 qram KH₂PO₄, 21.75 qram K₂HRO₄ 33.4 qram Na₂HPO₄x7H₂O və 1.7 qram NH₄Cl distillə suyunda həll edilir, həcmi 1 dm³-ə çatdırılır və qarışdırılır.

5.68.4.1.2. *Maqnezium-sulfat məhlulu*. Distillə suyunda 22.5 qram MgSO₄x7H₂O və 1.7 qram həll edib, həcmi distillə suyu ilə 1 dm³-ə çatdıraraq, qarışdırırlar.

5.68.4.1.3. Kalsium-xlorid məhlulu

27.5 qram susuz CaCl₂ distillə suyunda həll edib, distillə suyu ilə həcmi 1 dm³-dək durulaşdırırlar.

5.68.4.1.4. *FeCl₃ məhlulu*. Distillə suyunda 0.25 qram CaCl₃ x 6H₂O həll edib, həcmi distillə suyu ilə 1 dm³-ə durulaşdırırlar.

5.68.4.2. *Durulaşdırıcı su*. Durulaşdırıcı suyu pH-7.8 olan distillə suyundan hazırlayırlar (lazım gəldikdə distillə suyunun pH-ı 1 dm³ distillə suyunda 0.33 q. diqarbonat əlavə etməklə 7.8-ə çatdırılır.)

Distillə suyuna 1 sm³ fosfat-bufer məhlulu qarışdırır və distillə suyu 1 dm³-ə çatdırılır. Göstərilən məhlullar daxil edildikdən sonra suyu qarışdırır, lakin aerasiya etmirlər.

Sonra nitrifikasiya prosesinin qarşısını almaq üçün suda 1 dm^3 suya 6 sm^3 0.05% -li metil-göy məhlulu tökülür. Metil-göy daxil edildikdən sonra aerasiya edərək qarışdırırlar.

Suyu təbiiq etməzdən əvvəl ona birbaşa 1 dm^3 -ə 1 sm^3 olmaqla mikroorqanizmlər kulturu daxil edirlər (bioloji təmizlənmədən sonrakı, təmizlənmiş çirkab suyundan istifadə edilmir). Analiz edilən çirkab suyuna da mikroorqanizmlər kulturu daxil etmək olar. Bunun üçün analiz edilən çirkab suyunu, su kəməri xəttindən gələn su ilə 10-100 dəfə durulaşdırıb (mikroorqanizmlərin miqdarından aşağı olaraq) yuxarıda göstərilən biogen reaktivləri əlavə edir və açıq qabda 2-3 gün sakit saxlayırlar. Emulyasiyanın və ya örtüyün yaranması mikrofloranın inkişafını göstərir (mikroskopla yoxlayırlar). Mikroflora, analiz edilən çirkab suyuna daxil edilir, 5-20 dəfə durulaşdırılır floranın sonrakı inkişafından sonra bu suyun 1 sm^3 1 dm^3 durulaşdırıcı suya götürülür. Hazır durulaşdırıcı su otaq temperaturunda 8-9 mq/dm^3 həll olmuş oksigenə malik olmalıdır.

Bu suyun OBI-si, analiz edilən nümunədə OBI-nin təyin edilməsi ilə bir vaxtda təyin edilir.

5.68.4.3. MnCl_2 və ya MnSO_4 doymuş məhlulu

73.9 qram $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ və ya 62.9 qram $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 qram suda həll edilir.

5.68.4.4. KJ-in qələvidə məhlulu

700 qram KOH və ya 500 qram NaOH elə miqdar suda həll edilir ki, məhlululun ümumi həcmi 800 sm^3 -dan çox olmasın. Karbonat kolbanın dibinə çökdükdən sonra şəffaf maye digər kolbaya süzülür. Ayrıca azacıq miqdar suda 150 qr KJ həll edilir.

Hazırlanmış KJ və qələvi məhlulu qarışdırılır, distillə suyu ilə 1 dm^3 -ə çatdırılır. Reaktiv turşulaşdıqdan sonra ona nişasta əlavə etdikdə göy rəngə boyanmamalıdır.

5.68.5. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

5.68.5.1. Bütün qabların təmizliyinə ciddi diqqət yetirməli, belə ki, hətta çox kiçik çirk, nə qədər durulaşdırılsada ciddi səhvə səbəb ola bilər. Qabı qatı sulfat turşusu ilə yumaq lazımdır, sonra diqqətlə su xəttindən su ilə yuyub, distillə suyu ilə yaxalamaq, buxarla təmizləmək və ya qurutmaq.

Quruducu şkafda qurutma daha yaxşıdır. Qurutma zamanı şüşə qaba toz düşməməlidir.

5.68.5.2. Götürülmüş nümunə silindirə tökülür və müəyyən vaxt ərzində bərk maddələrin tökülməsinə imkan verilir (təbii su 0.5 saat, çirkab suyu 2 saata çökür).

Lazım gəldikdə kağız süzgecdən süzüb, ilk porsiyanı atırlar. Çökülmüş və ya süzülmüş nümunə ehtiyatla pipet ilə götürülür.

5.68.5.3. Suyun əvvəlcədən durulaşdırılması. Zəruri durulaşdırmanı, xromat metodu ilə oksidləşmə təyin edilmə nəticəsinə əsasən təxmini hesablamaq olar.

Bunun üçün 1 dm³-də oksigenin milliqramı ilə ifadə edilən oksidləşmə ədədini 4 və ya 5-ə bölürlər. Alınmış nəticə analiz edilən suyu neçə dəfə durulaşdırmağı göstərir.

Naməlum OBI-li suyu tədqiq edərkən bir neçə durulaşdırma ilə təcrübə qoymaq məsləhətdir (1:10-dan, 1:10000-dən və çox).

Durulaşdırma aşağıdakı yollarla aparılır:

100:500 və ya 1000 sm³-nin ölçü kolbalarına kolbanın yarısına-dək durulaşdırıcı su töküb, pipet ilə dəqiq ölçülmüş tədqiqat suyu (5, 10 sm³ və s.) əlavə edərək, xəttə qədər durulaşdırıcı su tökürlər. Kolba tıxacla bağlanır və o diqqətlə qarışdırılır.

Əgər daha çox durulaşdırma tələb olunursa onda alınan məhluldan pipet ilə müəyyən həcm götürüb, onu eyni ilə yuxarıda təsvir olunduğu kimi digər kolbaya keçirərək müəyyən həcmdəki durulaşdırıcı su ilə durulaşdırırlar.

Durulaşdırmanı hərdənbir bir neçə dəfə təkrar etmək lazım gəlir.

5.68.6. Təyinatın aparılması

OBI₅ və OBI₂₀ lazım olduqda duru çirkab suyunu inkubasiya üçün sifon və ya itələyici şüşənin köməyi ilə 3 şüşə qaba doldururlar. Axıra qədər doldurub, gil tıxacla elə bağlayırlar ki, tıxacın altında hava qabarcıqları qalmasın.

Belə üsulla digər 3 şüşə qabı da eyni qurulaşdırıcı su ilə doldururlar.

Smaq edilən su ilə dolu 3 şüşə qabdan biri və durulaşdırıcı su olan 3 digər şüşə qabdan birinin suda həll olmuş oksigenini dərhal analiz edirlər. Qalan hər 2 şüşə qabı termostata qoyub, orada 5 və 20 sutka 10-20°C-də saxlayırlar. 5 sutkadan sonra (sonra 20 sutkadan sonra) şkafdan şüşə qabları çıxarıb ondakı oksigenin miqdarını təyin edirlər.

Oksigenin miqdarını bu qayda ilə təyin edirlər: Əvvəlcə məhlulu rəngsizlədirirlər. Bunun üçün qaba 1 sm³ 0.1 mol/dm³ KMnO₄ və 0.6

sm³ H₂SO₄ məhlulu (həcmcə 2:3) daxil edilir. Şüşə qab tıxacla bağlanır, qarışdırılır və qaranlıq yerdə 10 dəqiqə saxlayırlar (şüşə qabdan 1.5 sm³ maye tökülür). Artıq KMnO₄-ün reaksiyaya girməsi üçün 1 sm³ 0.5 % natrium-oksalat məhlulu daxil edilir, tıxacla bağlayırlar və rəngsizləşənədək qaranlıq yerdə saxlayırlar (2-3 dəqiqə) (şüşə qabdan 1 sm³ maye tökülür). Rəngsizləşmə başa çatdıqda kolbaya ayrı pipet ilə onu düz kolbanın dibinə salmaqla 2 sm³ doymuş manqan duzu məhlulu və 2 sm³ KJ-in qələvidə məhlulu daxil edilir. Sonra şüşə qabı tıxacla bağlayırlar (bu zaman şüşə qabdan 3 sm³ sınaq edilən sudan tökülür) və çoxlu qarışdırırlar. Kolbanı 5-10 dəqiqə sakit saxlayırlar ki, əmələ gəlmiş çöküntü dibə çöksün. Çöküntü çökdükdən sonra kolbaya ehtiyatla 1 sm³ qatı sulfat turşusu töküüb, kolbanı tıxacla bağlayırlar (1 sm³ tökülür) və kolbanı çevirməklə qarışdırırlar. Bütün çöküntü həll olduqda, maye 500-1000 sm³ konusvarı kolbaya keçirilib, ayrılan yodu 0.01 mol/dm³ Na₂S₂O₃ məhlulu ilə solğun-sarı rəng olanadək titrləyirlər və sonra 1 sm³ nişasta məhlulu əlavə edərək, göy rəng yox olanadək damcı ilə titrləməkdə davam edirlər.

5.68.7. Nəticənin təhlili

5.68.7.1. Oksigenin istehlakını hesablamaq üçün əvvəlcə durulaşdırıcı suyun OBI-ni mq/ dm³ bu düsturla hesablayırlar:

$$OBI, d.s = \frac{a_1}{V_1 - 5,5} - \frac{a_2}{V_2 - 5,5} \cdot \Theta \cdot C \cdot 8 \cdot 1000$$

burada:

- a_1 – durulaşdırıcı və ya tədqiq edilən suda inkubasiyaya qədər oksigenin miqdarını təyin etdikdə titrləməyə sərf edilən 0.01 mol/dm³ Na₂S₂O₃ məhlulunun həcmi, sm³;
- a_2 – inkubasiyadan sonra durulaşmış və ya tədqiq edilən suda oksigenin miqdarını təyin etdikdə titrləməyə sərf edilən 0.01 mol/dm³ Na₂S₂O₃ məhlulunun həcmi, sm³;
- V_1 – inkubasiyaya qədər oksigenin təyin edildiyi şüşə qabın həcmi, sm³;
- V_2 – inkubasiyadan sonra oksigenin təyin edildiyi şüşə qabın həcmi, sm³;
- C – 0.01 mol/dm³ Na₂S₂O₃ məhlulunun nominal qatılığı;
- Θ – Na₂S₂O₃-un nominal qatılığına düzəlmiş əmsal;
- 8 – oksigenin ekvivalent kütləsi;
- 5.5 – reaktivlərin həcmi (turşudan başqa), sm³

Sonra analiz edilən nümunənin OBI-si mq/dm³, bu düsturla hesablanır:

$$OBI_{an} = \left\{ \left(\frac{a_1}{V_1 - 5,5} - \frac{a_2}{V_2 - 5,5} \right) \cdot C \cdot \Theta \cdot 8 \cdot 1000 - OBI_{r,v} \right\} \cdot \frac{1000}{B}$$

burada:

B – analizə götürülən və sonra 1000 sm³ qədər ölçü kolbasında durulaşdırılan çirkab suyunun həcmi, sm³.

5.69. Havada hidrogen-sulfidin təyin edilməsi üzrə metodika

5.69.1. Mahiyyəti və təyinatı

Metodika havada hidrogen-sulfidi təyin etmək üçündür.

Metod trietanolaminkadmium kompleksinin qələvidə məhlulu ilə hidrogen-sulfidin udulması prosesində alınan kadmium sulfidlə FeCl₃ ilə dimetilparafenilendiaminin qarşılıqlı təsiri nəticəsində metilen - göyünün əmələ gəlməsinə əsaslanır. Məhlulun rənginin intensivliyinə görə hidrogen-sulfidin miqdarı təyin edilir. Optiki sıxlıq fotokolorimetrlə təyin edilir.

Analiz zamanı metilen göyünün çıxımı nəzəri çıxımın 65 %-ni təşkil edir ki, bu da analizin nəticələrini hesablayan zaman 1.54 əmsalın daxil edilməsi ilə nəzərə alınır.

Ölçülən qatılıqların diapazonu 0.004-0.12 mq/m³ (80 dm³ hava nümunəsində) təşkil edir.

5.69.2. Cihazlar və reaktivlər

- Fotokolorimetr KFK, KFO və ya digəri.
- Barabanlı qaz sayğacı, DÜİST 6463-53 (maye tıxaclı, tip QSB-400)
- Rixter uducusu
- Kip aparatı və ya ikiboğazlı şüşə qab.
- Konusvarı kolba KN-250.
- Büret 1-2-25-01 DÜİST 20292-74.
- Pipetlər 1-1-10, 1-1-25, DÜİST 20292-74.
- Ölçü kolbası 2-100-2, 2-1000-2, DÜİST 1770-74.
- FeS (və ya Na₂S) «k.t»
- Yod DÜİST 4159-79, 0.1 n. məhlul
- CdSO₄ · 8H₂O DÜİST 4456-75.
- (CH₃COO)₂Cd · 2H₂O DÜİST 5824-79. «a.ü.t»

- Limon turşusunun kalium duzu, DÜİST 5538-78, «a.ü.t»
- $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ DÜİST 4147-74, «k.t»
- Dimetilparafenilendiamin, 0.1%-li xlorid turşusunda məhlul (1:1) «k.t»
- Trietapelamen TU 6-09-2448-72 «t»
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 n. məhlul
- NaOH, DÜİST 4328-77 0.1 n. məhlul
- Nişasta, həll olan, DÜİST 10163-76, 0.5 %- li məhlul.
- Xlorid turşusu DÜİST 3118-77, 5%-li məhlul.

5.69.3. Reaktivlərin, məhlulların hazırlanması.

5.69.3.1. Uducu məhlulun hazırlanması. 5 qram kadmium-asetat və ya 4.8 qram kadmium-sulfat və 1 qram kalium-limonat 1 dm³ ölçü kolbasında 500 sm³ suda həll edilir və 80 qram trietanolomin (400 sm³ 20 %-li məhlul) əlavə edərək su ilə xəttə qədər doldururlar. Əgər məhlul rəngə boyanıbsa (sarı rəngdən tünd-qəhvəyiyədək) onda onu təmizləyirlər.

Uducu məhlulun saxlanma müddəti bir aydır.

5.69.3.2. Dəmir 3-xlorid məhlulu. 50 qram FeCl_3 azacıq miqdarda suda həll edilib, həcmi 50 sm³-ə çatdırılır. Məhlulun saxlanma müddəti bir aydır.

5.69.3.3. Hidrogen-sulfid qazı. Hidrogen-sulfid almaq üçün Kip aparatı diametri 1-2 sm olan FeS ilə durdurulur və sulfat yaxudda xlorid turşusu tökülür (1:4 nisbətdə durulaşdırılmış).

Na_2S -dən hidrogen-sulfid almaq üçün, onu ikiboğazlı şüşə qaba yerləşdirir və yavaş-yavaş damcı ilə, qıfdan 5-10 %-li xlorid turşusu tökürlər, bərabər islanmaq üçün qabı silkələyirlər. (Ehtiyatlı olun! Cox miqdarda turşu tıxacı ata bilər) Hidrogen-sulfidlə sorucu şkafta işləməli.

5.69.3.4. İlk hidrogen-sulfid məhlulu. Təzə hazırlanmış 0.1 mol/dm³ qatılıqlı natrium-hidroksid məhlulunu hidrogen-sulfidlə doyurmaqla hazırlanır. İlk məhlulda hidrogen-sulfidin kütləqatılığı yodametrik təyin edilir. Bunun üçün 250 sm³ -lik konusvarı kolbaya dəqiq 25 sm³ 0.1 mol/dm³ qatılıqlı yod məhlulu, 10 sm³ 5%-li sulfat turşusu məhlulu və 10 sm³ ilkin hidrogen-sulfid məhlulu töküb daim qarışdırırlar. Kolbanı bağlayıb 5 dəq. saxlayırlar. Sonra kolbanın içindəkini zəif-sarı rəng alanadək 0.1 mol/dm³ qatılıqlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ məhlulu ilə titrləyirlər, bir neçə damcı

nişasta əlavə edib, məhlul tam rəngsizləşənə qədər titrləməkdə davam edirlər. Üç təyinatdan orta qiymət seçirlər. Eyni vaxtda yoxlama titri aparılır, bunun üçün 3 konusvarı kolbaya 0.1 mol/dm³ yod məhlulundan 25 sm³, 10 sm³ 5%-li sulfat turşusu məhlulu və 10 sm³ su əlavə edilir. Titrləmə yuxarıda göstəriləyi şəkildə aparılır.

İlkin məhlulda hidrogen-sulfidin kütlə payı (X), mq/sm³, aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 1.7}{10}$$

Burada:

- V_1 – yoxlama təcrübəsinə sərf edilən $Na_2S_2O_3$ məhlulünün həcmi,
- V_2 – nümunəyə sərf edilən $Na_2S_2O_3$ məhlulünün həcmi,
- 1.7 – 1 sm³ $Na_2S_2O_3$ məhluluna ekvivalent hidrogen-sulfidin kütləsi,
- 10 – titrləməyə götürülən əsas məhlulun həcmi, sm³.

5.69.3.5. 500 mq/sm³ kütlə qatılıqlı standart hidrogen sulfid məhlulu. İlkin məhluldan hazırlanır. Standart məhluldan hidrogen-sulfid dəqiq miqdarı 5.69. 3.4 bəndi üzrə titrimetrik təyin edir.

5.69.3.6. 5 mq/sm³ kütlə qatılıqlı işçi standart hidrogen-sulfid məhlulu. Hazırlanmış standart məhlulu dərhal hazırlayırlar. Bunun üçün 100 sm³-lik ölçü kolbasına 70-80 sm³ uducu məhlul tökülür və damcı-damcı 500 mq/sm³ kütlə qatılıqlı hidrogen-sulfid standart məhluldan lazımi miqdar əlavə edilərək qarışdırılır. Sonra kolbanın menski xəttinədək uducu məhlul doldurulur. İşçi standart məhlul 24 saat yararlıdır.

5.69.4. Dərəcəli qrafikinə qurulması

5.69.4.1. Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün cədvəl 1-ə müvafiq 100 sm³-lik ölçü kolbasında bir neçə standart məhlul hazırlanır.

Hidrogen-sulfidin təyin edilməsi zamanı standart məhlullar şkalası hazırlanması üçün məhlullar

Məhlul	Standart məhlulların nömrəsi						
	1	2	3	4	5	6	7
İşçi standart məhlul (5 kq/sm ³), sm ³	1	2	4	8	16	24	32
Uducu məhlul, sm ³	hər kolbaya 100 sm ³ -dək						
5sm ³ standart məhlul hidrogensul-fidin kütləsi, mkq	0,25	0,5	1	2	4	6	8

5.69.4.2. Standartlar şkalası hazırlamaq üçün hər bir sınaq şüşəsinə 5 sm³ standart məhlul və bütün əməliyyatlar δ. 6 analizin gedişinə uyğun aparılır. Eyni vaxtda sıfır nümunənin optik sıxlığı ölçülür. Dərəcəli qrafik 3-5 şkalanın nəticələrinin orta qiyməti əsasında qurulur.

5.69.5. Nümunənin götürülməsi

Nümunə götürən borunun bir ucu nümunənin götürüldüyü yərə birləşdirilir və analiz havası ilə üfürülür. Sonra digər ucu, içərisinə 5 sm³ uducu məhlul doldurulmuş Rixter uducusu ilə kip birləşdirilir. Uducu məhluldan 20 dəqiqə ərzində 4 dm³/dəq sürətlə hava buraxılır. Buraxılan qazın miqdarı qaz sayğacı ilə ölçülür. Nümunə götürən zaman uducu cihazı düzünə günəş şüalarından mühafizə etmək lazımdır.

5.69.6. Analizin aparılması

Uducu cihazda məhlulun səviyyəsi distillə suyu ilə cizgiyə 5 sm³ qalana qədər doldurulur. Uducu cihaza 1 sm³ dimetilparafenildiamin (DMPFDM) və 0.04 sm³ (1 damcı) FeCl₃ məhlulu tökülür. Qabın içindəki diqqətlə çalxalanır və 30 dəqiqə sonra 680 (670) dalğa uzunluğunda 10 mm işıq uducu qat qalınlıqlı küveytdə suya nisbətən optik sıxlığı ölçülür. Axırncı reaktivin əlavə edilməsindən optik sıxlığın ölçülməsinə qədər olan vaxt bütün nümunələr üçün eyni olmalıdır. Eyni vaxtda sıfır nümunə ölçülür, bunun üçün 5 sm³ uducu məhlul nümunəyə uyğun analiz edilir. Sıfır məhlulunun optik sıxlığının qiyməti 0.02-dən çox olmamalıdır.

Nümunədə hidrogen-sulfidin kütləsi sıfır və nümunə məhlullarının optiki sıxlıqlarının ölçülmüş nəticələrinin fərqinə görə dərəcə qrafikinə köməyi ilə təyin edilir.

$$X = \frac{M \cdot 1000 \cdot 1,54}{V \cdot \Theta \cdot 1000} = \frac{M \cdot 1,54}{V \cdot \Theta}$$

Burada:

M – dərəcə ayrısından tapılan, havadakı hidrogen-sulfidin kütləsi, mqg;

V – buraxılan qazın həcmi, dm³; *Θ* – qazı n.ş. gətirmək üçün düzəliş əmsali;

1.54 – reaksiya çıxımını 100%-ə gətirmək üçün əmsal.

5.70. Kükürlü-qələvili çirkab sularından yaranan qaz fazada yüngül karbohidrogenlərin xromatoqrafik təyin edilməsi üzrə metodika

5.70.1. Təyinatı və mahiyyəti

Metodika kükürlü-qələvili çirkab sularından qaz fazaya desorbsiya edilən yüngül karbohidrogenləri təyin etmək üçündür.

Metod Al₂O₃ ilə doldurulmuş (8%-li Na₂CO₃ ilə modifikasiya edilmiş) kolonkada komponentlərin xromatoqrafik ayrılmasına əsaslanır. Təyinat xətti proqramlaşdırma rejimində aparılır. Çıxan komponentlər istilikkeçirici və ya alov-ion detektoru ilə qeyd edilir. Xromatoqram mütləq kalibrəlmə metodu ilə hesablanır.

5.70.2. Cihazlar, reaktivlər

- Xromatoqraf- istilikkeçirici və ya alov-ion və proqramlaşdırılmış temperaturlu.
- Xromatoqrafik kolonka paslanmayan poladdan, uzunluğu 5 m, daxili diametri 3 mm.
- Kalonka doldurucu: aktiv, A-1 markalı Al₂O₃, DÜİST 8136-76, zərrənin ölçüsü 0.25-0.315. 250°C –də 3-4 saat hava cərəyanında közərdilmiş.
- Qazdaşıyıcı – texniki azot, sıxılmış, DÜİST 9293-74, DİP üçün və helium qazı, DÜİST 20461-76 katorometr üçün.
- Termostat.
- Tibbi spris, həcmi 1 və 5 sm³

- Saniyə ölçən, DÜİST 5072-79
- Ölçü lupası 10 x DÜİST 8309-77
- Taraz buxar almaq üçün kolba.
- Pipet-tubuslu, qaz üçün
- Etilen, DÜİST 25070-81.

5.70.3. Xromotoqraf cihazının hazırlanması

5.70.4. Nümunənin götürülməsi

Nümunənin götürməzdən əvvəl məhsulun temperaturu 18°C-dən aşağı olmamalıdır.

5.70.4.1. Boru kəməmindən nümunənin götürülməsi. Əvvəlcədən drenaj xəttini üfürüb, 0.5 dm³ butulkaya kükürlü – qələvili nümunə götürülür. Bu zaman elə etmək lazımdır ki, karbohidrogen təbəqəsi butilkanın kənarı ilə daşıb axmasın və tıxacın altına ən azı qaz fazası olsun (5 sm³). Butilka polietilen tıxacla (ftoroplast) örtülür. Nümunənin başqa qaba boşaldılmasına yol verilmir. Götürülmüş nümunə diqqətlə, otaq temperaturunda su və karbohidrogen təbəqəsi arasındakı ayırıcı xətt yox olanadək qarışdırılır.

5.70.4.2. Rezervuardan nümunə götürülməsi. Çəndən və rezervuardan nümunə nümunəgötürən cihazla götürülür (DÜİST 2517-80, paslanmayan polad marka X18H10T). Karkasa polietilen tıxaç 0.5 dm³ şüşə qab qoyulur. Nümunə götürülənədək qab karkasa bərkidilir. Çəndən nümunə nümunəgötürəni çənin dibinə salmaqla götürülür. Sonra kəndirin köməyiylə qabdan tıxacı çıxarırlar ki, qab ən azı 0.99 həcm dolsun. Tam doldurulmur ki, əgər varsa karbohidrogen təbəqəsi düşməsin. Məhsulun digər qaba boşaldılmasına yol verilmir. Sonra nümunəgötürən qablar yuyucu vasitələrlə yuyulub, su ilə yaxalanaraq qurudulur və bağlı yerə qoyulur.

5.70.5. Analizin aparılması

5.70.5.1. Nümunənin hazırlanması. Analiz edilən nümunədən bir hissə təmiz kolbaya keçirilir. Kolba rezinqatlı özüküpləşən tıxac-la təchiz olunub, tıxac istifadə edilməzdən əvvəl 15 dəqiqə ərzində distillə suyunda yuyulub qanadılmalıdır. Maye fazanın qaz fazaya olan nisbəti 1:4 olmalıdır. Qaz və maye faza arasında tarazlığı təyin etmək üçün tıxaçlı kolba termostata yerləşdirilir və 50°C-də 15 dəqiqə müddətində nümunəni ehtiyatla dövrü qarışdırmaqla saxlanılır.

5.70.5.2. Dərəcə qarışığının hazırlanması. Dərəcə qarışığı (005-0.1 % həcm azota etilen) qaz pipetkasında və ya 100 sm³ tibbi şprisində hazırlayırlar.

5.70.5.3. Analizin şəraiti

Cədvəl 5.16.

№	Parametrin adı	Ölçü vahidi	Parametrin qiyməti	
			DIP	katarometr
1.	Kalonkanın uzunluğu	sm	500	500
2.	Daxili diametr	mm	3	3
3.	Qaz-daşıyıcı		azot	helium
4.	Kalonka temperaturu	°C	0.5	41
	a) başlanğıc		170	170
	b) son		3.5 dəq sonra	1.5 dəq
5.	Proqram sürəti	0/dəq	12	25
6.	Qaz nümunəsinin həcmi	sm ³	0.5	5
7.	Diqram lentinin sürəti	mm/s	720	720

5.70.5.4. Analizin aparılması. Analizin aparılması şəraiti bənd 5.3-də göstərilib. Qaz faza 1 və ya 5 sm³ həcmli tibbi şprisi ilə götürülür. Şprisin temperaturu tarazlığın müəyyən edilməsi temperaturundan aşağı olmamalıdır ki, onun daxili səthində təyin edilən maddələr asorbsiya etməsin. Analiz qazı ilə şprisi yümaq üçün, iynəni sınaq şüşəsindən çıxarmayaraq, bir neçə dəfə (3-4) qaz götürməli və kolbanı geri buraxmalı, sonra götürməli və dərhal xramatoqrafa daxil etməli. 2-3 nümunəni analiz etmək lazımdır.

Dərəcə qarışığının analizi də həmin şəraitdə həyata keçirilir.

Komponentlərin çıxma qaydası:

Hava, metan, etan, etilen, propan, propilen, izobutan, butan, allen, aiteten, buten-1, buten-2, izopentan, n-pentan, divinil, C₅, C₇, benzol, toluol, C₅, C₆ və C₇ piklərinin miqdarı piroqazın tərkibindən asılı olaraq dəyişə bilər.

5.70.6. Nəticələrin təhlili

Yüngül karbohidrogenlər qarışığını təyin etmək üçün pikin sahəsini ölçürlər və dərəcə qarışığındakı etilen pikinin sahəsi ilə müqayisə edirlər.

Hesablama bu düsturla həyata keçirilir.

$$C_i = \Theta_i \times S_i$$

Burada:

C_i , Θ_i və S_i – həcm payı, düzəliş əmsalı və təyin edilən pikin sahəsi;

S_{et} və Θ_{et} – pikin sahəsi və etilenin düzəliş əmsalı.

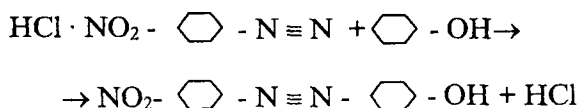
C_{et} – dərəcə qarışıqındakı etilenin qatılığı;

Anoloji nəticə kimi 2-3 ölçünün orta qiyməti götürülür.

5.71. Çirkab sularında fenolların təyin edilməsi üzrə metodika

5.71.1. Mahiyyəti və tətbiq sahəsi

Metod qələvi mühitdə fenolun diazotlaşdırılmış p-nitroanilinlə aşağıdakı reaksiya üzrə boyaq əmələ gəlməsinə əsaslanır.



Boyağın rəngi fenolun qatılığından asılı olaraq narıncı rəngdən qırmızı rəngdək dəyişir.

Metod çirkab sularında 0.05-1,5 mq/dm³ qatılıqda fenolları təyin etmək üçündür.

Analiz müddəti 25-35 dəqiqədir. Orta xəta 4-14 %-dir.

5.71.2. Cihazlar, qablar, reaktivlər

- FotokolorimetrKFK.
- Ölçü kolbası, icra 1 və ya 2, həcm 50, 100, 200 sm³ dəq. sinif 2, DÜİST 1770-74.
- Ölçülü silindr, icra 1, həcm 10, 25, 100, 200 sm³, DÜİST 1770-74.
- Pipetlər, icra 1, həcm 1, 2, 5, 10, 100 sm³ və icra 6, həcm 5, 10 sm³, d.s.1. DÜİST 20292-74.
- Fenolun qovulması üçün cihaz:
 - a) yumrudibli kolba, icra 1, həcm 500 sm³
 - b) KŞ tipli soyuducu, icra 1, gövdənin uzunluğu 400 mm
 - v) damcıtutan, icra KP.
- Çini kasa № 4 və ya № 5, DÜİST 9147-80.
- VD tipli qıf, icra 1, DÜİST 25336-82.
- Universal indiqator kağızı.

- n- nitroanilin, TU 6-09-258-77.
- Xlorid turşusu, DÜİST 3118-77, «a.ü.t» 1n və duru məhlul.
- Na_2CO_3 «a.ü.t», DÜİST 83-79, 1n məhlul.
- NaNO_2 , DÜİST 4197-74, «k.t» 2%-li məhlul.
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, DÜİST 4165-78, 10%-li məhlul.
- sulfat turşusu, DÜİST 4204-77, həcmcə 1:3 nisbətdə duru.
- Fenol, DÜİST 6417-72, «k.t»
- NaOH , DÜİST 4328-77, «k.t» 50 %-li məhlul.
- CCl_4 , DÜİST 20288-74, «k.t» və ya «a.ü.t»

5.71.3. Reagentlərin, məhlulların hazırlanması

5.71.3.1. NaNO_2 məhlulu. 2.0 qram NaNO_2 100 sm^3 -lik ölçü kolbasında distillə suyunda həll edilib, xəttə qədər doldururlar.

5.71.3.2. Parಾನitroanilin məhlulu. 0.69 qram parಾನitroanilini 1 mol/dm^3 qatılıqlı 65 sm^3 HCl turşusunda həll edib, 1 dm^3 həcmə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Məhlul tünd rəngli bankada saxlanır.

5.71.3.3. Diazotlaşdırılmış parಾನitroanilin. 20 sm^3 parಾನitroanilin məhlulu, kip tıxacılı silindrə töküüb, 2 sm^3 2%-li NaNO_3 məhlulu əlavə edərək qarışdırırlar. Sarı-yaşıl rəngli məhlul diazotlaşdıqda rəngsizləşir. Məhlul 1 sutka davamlıdır.

5.71.3.4. Standart fenol məhlulu. Standart fenol məhlulu (1 mq/dm^3 qatılıqlı) 1 qram təmiz fenol 1 dm^3 distillə suyunda həll etməklə hazırlayırlar.

İşçi standart məhlulları əsas standart məhlulu 10 dəfə durulaşdırmaqla hazırlayırlar.

0.01 mq/sm^3 qatılıqlı № 2 standart işçi fenol məhlulu, əsas standart məhlulu 100 dəfə durulaşdırmaqla hazırlanır.

5.71.4. Dərəcəli qrafikin qurulması

İçində 10-15 sm^3 distillə suyu olan 100 sm^3 ölçü kolbasına 1 №-li işçi standart fenol məhlulundan 1-10 sm^3 töküüb, 1 mol/dm^3 qatılıqlı 10 sm^3 Na_2CO_3 məhlulu, 22 sm^3 diazotlaşmış n-nitroanilin əlavə edirlər və kolbanı distillə suyu ilə doldururlar. 15 dəqiqədən sonra 450-500 km dalğa uzunluğunda 50 mm uducu qat qalınlıqlı küvetdə boş nümunəyə nisbətən məhlulun optik sıxlığı ölçülür. Alınmış nəticəyə əsasən absis oxuna nümunədəki fenolun kütləsi, ordinat oxunda isə müvafiq optik sıxlığı qoymaqla kalibr əyrisi qurulur.

Anoloji olaraq, № 2 standart fenol məhlulu ilə dərəcə əyrisi qurulur (uducu qat 30 mm).

5.71.5. Nümunənin götürülməsi və hazırlanması

Su nümunəsi, kimyəvi davamlı, şəffaf şüşə qaba yığılıb, kip tıxacla örtülür. 100 mq/dm³ qatılıqlı nümunə, götürüldüyü gün analiz edilmirsə, onda hər 1 dm³ nümunəyə 4 qram NaOH əlavə etməklə saxlanılır. Nümunə saxlanıldıqdan sonra, analizin aparılma müddəti məhdudlaşdırılmır, xüsusi saxlama şəraiti tələb edilmir. Tərkibində 100 mq/dm³ fenol olan nümunə konservləşdirilmir, onu ən azı 5 sutka analiz edirlər.

0.05 mq/dm³ qatılıqlı nümunə də saxlanılmır, analiz dərhal aparılır.

Ayırıcı qıfa 100 sm³ tədqiq edilən su tökülür. Əgər nümunə saxlanılmayacaqsa, pH 12-12.5 olanadək 50%-li NaOH məhlulu əlavə edirlər.

Nümunədə karbohidrogen olduqda, bütün nümunə 12-12.5-ədək qələviləşdirilir, 5-10 dəqiqə ekstraksiya edilir. Bu zaman bütün fenollar su təbəqəsinə keçir. Su təbəqəsi ayrıldıqdan sonra süzülür və analiz edilir, karbohidrogenlər atılır.

Analizə mane olan üzvi qarışıqları çıxarmaq üçün qələviləşdirilmiş nümunə 2-3 dəqiqə ekstraksiya edilir. (hər 100 sm³ nümunəyə 5-10 sm³ hissələrlə karbon 4-xloridlə).

$$X = \frac{a \cdot 100}{V}$$

Burada:

a – dərəcə qrafikindən tapılan fenolun kütləsi, mq;

V – analiz suyunun həcmi, sm³.

5.71.6. Analizin aparılması

5.71.6.1. Fenolların təyin edilməsi. Bunun üçün əvvəlcə onu qovurlar. 100 sm³ analiz suyuna 10-15 mq CuSO₄ (sulfidləri çökdürmək üçün) əlavə edib, sulfat turşusu ilə turşulaşdırırlar və qovma aparırlar. (kolbada 30-40 sm³ maye qalanadək). Qalığa 100 sm³ distillə suyu əlavə edib, qovmanı davam etdirirlər. Qovmanı tam aparmaq üçün sınağa soyuducudan çıxan mayedən bir neçə damcı yığıb, p-nitroanilin əlavə etməklə onda fenolun olduğunu

yoxlamaı. Distillatı 250 sm³ ölçü kolbasına keçirib distillə suyu ilə xəttə qədər durulaşdırır və analiz üçün alikvot hissə götürülür.

5.71.7. Nəticələrin təhlili

5.71.7.1. Çirkab sularında fenolların ümumi qatılığı (X) mq/dm³, bu düsturla hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 100}{V}$$

Burada:

a – dərəcə qrafikindən tapılan fenolun kütləsi, mq;

V – analiz suyunun həcmi.

5.71.7.2. Uducu fenolların (X₁) kütlə qatılığı mq/dm³, bu düsturla hesablanır:

$$X_1 = \frac{a \cdot 250 \cdot 1000}{100 \cdot V}$$

Burada:

a – dərəcə qrafikindən tapılan fenolun kütləsi, mq;

$\frac{250}{100}$ – qovulmanın durulaşdırılması;

V – qovulmanın həcmi.

5.71.7.3. Analizin nəticəsi kimi iki analizin orta qiyməti götürülür. Nisbi xəta ± 14 %-dir.

5.72. Suda sərbəst karbon turşusunun təyini

Karbon qazı – təbii suların tərkibində geniş yayılmış qazlardan biridir. Qaz halında olan karbon 4-oksidi CO₂ suda həll olduqda bir hissəsi hidratlaşib dissosiyaya az uğrayan karbon turşusu H₂CO₃ əmələ gətirir. Bunun da əsasını karbon 4-oksidi təşkil edir. Karbon 4-oksidi həcmi, qazometrik və cəki metodları ilə təyin olunur.

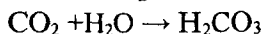
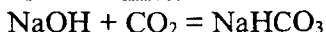
Tərkibində CO₂-nin miqdarı 200 ml/l-dən çox olmayan rəngsiz sulara CO₂-ni təyin etmək üçün həcmi metoddan istifadə olunur.

Tərkibində CO-nun miqdarı 50mq/l-dən çox olan müxtəlif təbii sularda CO₂-ni təyin etmək üçün daha dəqiq metod olan qazometrik metoddan istifadə olunur.

Tərkibində çox miqdarda CO₂ olan karbon turşulu sularda CO₂-ni təyin etmək üçün daha dəqiq, lakin çox vaxt və əmək tələb edən çəki metodundan istifadə olunur.

5.72.1. Metodun mahiyyəti

Həcmi metod-fenolftalein iştirakı ilə həll olunan karbon 4-oksidin qələvi məhlulu ilə titrlənməsinə əsaslanır.



İndikator kimi fenolftaleindən istifadə olunur. Titrlemə pH=8,3-8,4 olana qədər aparılmalıdır, bunu da alınan itməyən açıq-çəhrayı rəng təsdiq edir. Reaksiyanın qurtarmasını dəqiq təyin etmək asandır. Bəzi hallarda bu məqsədlə nəzarət üçün mineral standartlardan istifadə olunur.

5.72.2. Mane olan təsirlər

Mövcud metodla CO₂-nin 1q/l-ə qədər olan və cüzi rənglənmiş sular üçün yararlıdır. Tədqiq olunan suyun codluğu yüksək olduqda və tərkibində dəmir olduqda titrlənməmişdən əvvəl 1ml seqnet duzu əlavə olunur.

5.72.3. Avadanlıq və reaktivlər

- 200 ml həcmli ölçü kolbaları
- 50 ml həcmli ölçü silindirləri
- 10 ml həcmli mikrobüretlər
- 0,05%-li natrium qələvi məhlulu
- 0,1%-li fenolftalein məhlulu (0,1q fenolftalein 100 ml spirtdə həll olunur)

5.72.4. Analizə hazırlıq

Mineral standart.

Standart məhlulu hazırlamaq üçün 2qram CaCl₂•6H₂O və 2,01 qram CuSO₄•5H₂O 200ml-lik kolbada həll edib, üzərinə 2 ml HCl (sıxlığı 1.19) əlavə edib həcmi 200 ml-ə catdırırlar.

Standart işçi məhlul

Əsas mineral məhlulu tədqiq olunan su ilə 10 dəfə durulaşdırılır. Bunun üçün 200 ml həcmli kolbaya 20 ml əsas mineral məhlulu töküüb, tədqiq olunan su ilə sifon vasitəsi ilə həcmi 200 ml çatdırılır. Seqnent duzu məhlulu, 30%.

5.72.5. *Analizin aparılması*

2 ədəd 200 ml həcmli ölçü kolbalarını tədqiq olunan su ilə yaxalayır. Birinci kolbada yuxarıda göstərilən kimi standart məhlulu hazırlayırlar. Sifon vasitəsi ilə (sifon kolbanın dibinə çatmalıdır) ehtiyatla ikinci kolbada tədqiq olunan su ilə həcmi 200 ml-ə çatdırırlar. Bu kolbaya 2 ml fenoftalein əlavə, tıxacla bağlayıb, ehtiyatla çalxalamamaq şərti ilə kolbanı çevirirlər. Əgər kolbada çəhrayı rəng alınrsa, qeyd olunur ki, nümunədə karbon turşusu yoxdur. Suda çəhrayı rəng alınmadıqda onu kiçik hissələrlə daimi sakit qarışdırmaqla natrium qələvisi ilə ehtiyatla titrləyirlər. Alınan rəng 3-5 dəqiqə ərzində itməməlidir və onun rənginin intensivliyi standart işçi məhlulunun rəngi ilə uyğunlaşmalıdır. Əgər kolbadakı suyun rəngi 3-5 dəqiqə ərzində standart məhlulun rəngi ilə uyğun qalarsa, titrləmə başa çatmış hesab olunur.

5.72.6. *Hesabatın aparılması*

Sərbəst karbon turşusunun miqdarı (X) mq/l aşağıdakı düstur ilə hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot N \cdot 44 \cdot 100}{V}$$

Burada:

a – karbon 4-oksidin təyininə sərif olunan NaOH məhlulunun həcmi, ml;

N – NaOH məhlulunun qatılığı (normallığı);

44 – hazırkı reaksiyada CO₂-nin ekvivalent həcmi;

V – tədqiq üçün götürülmüş suyun həcmi, ml

5.73. Sərbəst və birləşmiş xlorun təyini

5.73.1. Hipoxloriddə aktiv xlorun təyini

5.73.1.1. Metodun mahiyyəti. Bu metod turş mühitdə natrium hipoxloridin təsiri ilə kalium yodidən yodun çıxarılmasına əsaslanır.

Çıxarılan sərbəst yod nişastanın iştirakı ilə tiosulfat məhlulu ilə titrlənir.

5.73.1.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Kip tıxaçlı 250ml həcmli konusvari kolba
- 25 ml həcmli büre
- 10%-li kalium yod məhlulu
- 0,01 n- natrium qələvi məhlulu
- 0,2 n sulfat turşusu
- 0,01n natrium tiosulfat məhlulu
- 1% nişasta məhlulu

5.73.1.3. Analizin aparılması. 50 ml distillə suyu olan konusvari kolbaya büret vasitəsi ilə dəqiq miqdarda 0,2 n sulfat turşusu (hipoxloriddə aktiv xlorun miqdarından asılı olaraq 20 ml-dən – 40ml-ə qədər) və 20 ml kalium yod məhlulu əlavə edirlər. Kolbanın ağzını tıxacla bağlayıb 0,01÷0,02 qram dəqiqliyi ilə texniki tərəzidə çəkirlər.

Sonra kolbaya 1÷1,5qram tədqiq olunan Hipoxlorid məhlulu əlavə edib ağzını tıxacla bağlayıb yenidən tərəzidə çəkirlər. Alınan sərbəst yodu 0,1n natrium tiosulfat məhlulu ilə titrləyirlər.

5.73.1.4. Hesabatın aparılması. Aktiv xlorun (X) miqdarını çəki %-ilə aşağıdakı düstur ilə hesablayırlar (xlora görə)

$$X = \frac{a \cdot K \cdot 0,00355 \cdot 100}{q}$$

- a* - nümunənin titrinə sərf olunan 0,1n tiosulfat məhlulunun miqdarı, ml;
K - natrium tiosulfat məhlulun dəqiq 0,1n qatılığa gətirmək üçün düzəliş əmsali;
0,00355 - 1 ml dəqiq 0,1n natrium tiosulfat məhluluna ekvivalent olan xlorun miqdarı;
q - tədqiq olunan hipoxlorid məhlulunun çəkisi, qram.

5.73.2. Ümumi qalıq xlorun təyini

5.73.2.1. Metodun mahiyyəti. Metod turş mühitdə qalıq xlorun təsiri ilə kalium yodiddən yodun çıxarılmasına və alınan yodun kraxmalın iştirakı ilə natrium tiosulfat məhlulu ilə titrlənməsinə əsaslanır. Azad və birləşmiş xlorun cəminə ümumi qalıq xlor deyilir.

5.73.2.2. Mane olan təsirlər. Nümunənin tərkibində üzvü maddələrin miqdarı çox olduqda bu metod özünü doğrultmur.

5.73.2.3. Avadanlıq və reaktivlər

- Kip tıxaclı 250 ml həcmli konusvarı kolba
- 25 ml həcmli büret
- 25,100 ml həcmli ölçü silindirləri.
- 0,01n- natrium tiosulfat məhlulu
- Kalium yodit
- 30 %-li sirkə turşusunun məhlulu
- Sirkə asetat bufer məhlulu – 102 ml 1n sirkə turşusunun məhlulu və 98 ml 1n natrium asetat məhlulunu qarışdırıb həcmi distillə suyu ilə 1 litrə çatdırırlar.
 - a) 1n sirkə turşusu, 57 ml qatı sirkə turşusunun həcmi distillə suyu ilə 1 litrə catdırılır.
 - b) 1 n natrium asetat məhlulu 136 q natrium asetatı 1 litr distillə suyunda həll edirlər.

5.73.2.4. Analizin aparılması. Konusvarı kolbaya 50-100 ml analiz olunan nümunəni töküüb üzərinə 0,5 qram kalium yodit və 10 ml 30 %-li sirkə turşusu əlavə edirlər. 5 dəqiqədən sonra ayrılan yodu 1-2 ml 0,5%-li nişasta məhlulunun iştirakı ilə 0,01N natrium tiosulfat məhlulu ilə titrləyirlər.

5.73.2.5. Hesabatın aparılması. Qalıq xlorun miqdarı (X) mq/l aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$X = \frac{a \cdot K \cdot 0,00355 \cdot 100}{q}$$

Burada:

- a – titrləməyə sərf olunan 0,01N natrium tiosulfat məhlulunun həcmi, ml;
- K – natrium tiosulfat məhlulunu dəqiq 0,01n qatılığına gətirmək üçün, düzəliş əmsali;
- V – analiz üçün götürülmüş nümunənin həcmi, ml.

0,355 – 1ml 0,01n natrium tiosulfat məhluluna ekvivalent olan xlorun miqdarı, milligramm;

Qeyd. Nümunənin tərkibində dəmir (3 valentli), nitritlər çox olduqda, sirkə turşusunun əvəzinə hər 100 ml analiz nümunəsinə 6 ml bufer məhlulundan istifadə olunur.

Suyun qələviliyi 4mq-ekv-dən çox olduqda əlavə olunan bufer məhlulunun miqdarını uyğun olaraq artırırılar (1,5 ml qələviliyinin hər mq-ekv-tə).

Metodun həssaslığı – 0,05 mq/l. Nisbi sərf - 1%. Analizin davamiyyəti – 20 dəqiqə.

5.74. Ceyran-Batan suyunda həll olan silikatların kalorimetrik təyini

5.74.1. Metodun mahiyyəti

Məhluldakı bütün formalı silikatlar qələvi hidrolizi ilə ortosilikatlara keçirilir. Ortosilikatları turş mühitdə molibdat reaksiyası ilə təyin edirlər.

Reaksiya məhsulu sarı rəngli heteropoliturşudur. $H_4[Si(Mo_3O_{10})_4] \cdot H_2O$ və onun miqdarı kolometrik üsulla təyin olunur.

Bu üsulla $\pm 0,5$ mq/l dəqiqliyi ilə 1-dən 20 mq/l-ə qədər SiO_2 miqdarı təyin olunur.

Təyinə tam olan hidrogen sulfidi hava üfürməklə kənarlaşdırırlar. Nümunə rəngli və bulanıq olduqda onun optik sıxlığı ölçülür və analiz olunan nümunənin optik sıxlığından çıxılır.

5.74.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Bənövşəyi filtirli fotometr ($\lambda=410$ nm)
- 2-5sm qalınlığı oln küveyt
- 20%-li NaOH məhlulu ilə işlənmiş platin kasa
- 10%-li ammonium molibdat məhlulu, 10q. $(HN_4)_6 Mo_7O_{27} \cdot 4H_2O$ az miqdar distillə suyunda həll edib, həcmi 100 ml-ə catdırılır.
- Durulaşdırılmış (1:1) xlorid turşusu
- Oksalat turşusu 10 qram $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ distillə suyunda həll edib həcmi 100 ml catdırırlar.

- 20%-li natrium qələvi məhlulu
- 20%-li sulfat turşusu məhlulu
- 0,2%-li dinitrofenol məhlulu
- Kalium xromat, standart məhlulu 0,223 qram K_2CrO_4 distillə suyunda həll edib həcmi 200 ml-ə çatdırırlar.

Bu məhlulu onun 50 ml-ə qədər durulaşdırdıqda 1 ml aldığı rəng 4 mq SiO_2 / litr uyğun olur.

5.74.3. Dərəcəli qrafik

Şkalanı qurmaq üçün 50 ml həcmli ölçü kolbalarına aşağı həcmdə standart kalium xromat məhlulu daxil edirlər.

0; 0,25; 0,5; 0,75; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 və həcmi distillə suyu ilə 50 ml-ə çatdırırlar.

Alınan məhlulların qatılığı: 0; 1; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0 SiO_2 mq/l .Optik qatılığı ölçüb, reaktivlərin təmizlik dərəcələrini nəzərə alaraq, qatılıqdan asılı olaraq sıxlığın qrafikini qururlar.

5.74.4. Analizin aparılması

Filtirdən (göy lent) süzülmiş 50 ml nümunəni platin kasaya töküüb, üzərinə 1 ml 20%-li NaOH məhlulu əlavə edib qaynayan su hamamında 20 dəqiqə qızdırırlar. Soyuduqdan sonra pH 4-5 olana qədər sulfat turşusu ilə neytrallaşdırırlar (indikator - dinitrofenol). Məhlulu 50 ml həcmli ölçü kolbasına keçirib təxminən 2/3 həcmine qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Yoxlama təcrübə məhlulu da həmin bu üsulla hazırlanır. Kolbaya 2 ml molibdat məhlulu əlavə edib qarışdırırlar. Sonra 1 ml xlorid turşusu əlavə edib yenə qarışdırırlar. 5 dəqiqədən sonra 1,5 ml oksalat turşusu məhlulu əlavə edirlər. Qarışdırıb həcmi 50 ml-ə çatdırıb optik sıxlığını ölçürlər. Eyni vaxtda yoxlama ölçünü aparıb, düzəlişi nəzərə alaraq kalibr əyrisi üzrə silikatların miqdarını təyin edirlər.

5.74.5. Hesabatın aparılması

Suda həll olan silikatların miqdarı (X) mq/l aşağıdakı düstur ilə hesablanır.

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}$$

Burada:

- C* – SiO₂ qatılığı mq/l (dərəcəli qrafik əyrisindən tapılmış);
V – analiz olunan nümunənin həcmi, ml;
50 – durulaşdırılmış nümunənin həcmi.

5.75. Çirkab sularında sintetik yuyucu maddələrin sulfanolun, nekalının təyini

5.75.1. Metodun mahiyyəti

Bu metod anionlu sintetik yuyucu maddələrin (sulfanol, nekal və s.) metilen göylə xloroformda həll olan kompleks birləşmələrin əmələ gətirməsinə əsaslanır. Metilen göyün özü xloroformda həll olmur. Kompleks birləşmələrin ekstraksiyası əvvəl qələvi mühitdə (bufer məhlulu, pH10) aparılır, sonra birləşmiş xloroform ekstraksiyalarını metilen göyün turş məhlulu ilə yuyulur. Bu ikiqat ekstraksiya yolu ilə reaksiyaya mane olan xlorid, nitrat, rodanid və zülallar kənarlaşır. Reaksiyaya mane olan sulfidlərihidrogen piroksidlə oksidləşdirərək kənar edirlər.

5.75.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Qırmızı filtirli FEK – 56 kolorimetr
- Qalınlığı 30 və 10 nm küvet
- 200-250 ml həcmli ayırıcı qıf
- Pipetlər (5,10,15)
- Qum saati (1 dəqiqə)
- Ölçü kolbaları(50,100 ml)
- Fosfat bufer məhlulu. 10q susuz natrium hidrofosfatı suda həll edib, natrium qələvi məhlulu ilə pH – 10 catdırıb, 1 litrə qədər distillə suyu ilə durulaşdırıb qarışdırırlar.
- Metilen göyün neytral məhlulu.0,35q metilen göyü 1litr həcmli ölçü kolbasında həll edib distillə suyu ilə 1 litrə catdırırlar.
- Metilen göyün turş məhlulu. 0,35q metilen göyü 500 ml distillə suyunda həll edib, üzərinə 6,5 ml qatı sulfat turşusu əlavə edib həcmi 1 litrə catdırırlar.
- Xloroform
- Yuyucu maddənin standart məhlulu. Təyin olunan maddəni 0,1 qram distillə suyunda həll edib həcmi 1 litrə catdırırlar. Bu məhlulun 10 ml-i 100 ml-ə qədər durulaşdırılır. Alınan durulaşdırılmış məhlulun 1 ml-nin tərkibində 0,01 mq yuyucu maddə vardır.

5.75.3. *Analizin aparılması*

Analiz üçün götürülən çirkab suyunun həcmi elə götürülür ki, tərkibindəki təyin olunan maddənin miqdarı 20 mkq-dan 300mkq-a qədər olsun. Əgər 100 ml çirkab suyunun tərkibində maddənin miqdarı 20 mkq-dan azdırsa, su buxarlandırılır.

Götürülən nümunə 200-250 ml həcmli ayırıcı qıfa tökülür, distillə suyu ilə 100 ml qədər durulaşdırılıb, üzərinə 10 ml fosfat bufer məhlulu, 5 ml metilen göy neytral məhlulu və 15 ml xloroform əlavə edirlər. Təbəqələrə ayırmaq üçün 1 dəqiqə ehtiyatla çalxalayır. Sonra xloroform təbəqəsini, əvvəldən 110ml distillə suyu və 5 ml metilen göy turşu məhlulu tökülmüş ikinci eyni həcmli ayırıcı qıfa boşaldırlar. İkinci qıfın içindəkilərini birinci qıfdakı kimi qarışdırırlar və təbəqələnməni gözləyirlər. Aşağıdakı xloroform təbəqəsi, içində əvvəlcədən xloroform həpəndürülmüş diametri 5-6 sm olan filtr yerləşdirilmiş kiçik qıfın 50 ml həcmli ölçü kolbasına süzülür. Sonra birinci qıfa yenə 10 ml xloroform əlavə edib, yuxarıda göstərilən əməliyyatlar təkrar edilir. I dəfə ekstraksiya 10 ml, II dəfə 5 ml xloroformla aparılır. Ölçü kolbasında 40 ml qədər xloroform ekstraktı yığılmalıdır. Həcmi xloroformla 50 ml çatdırırlar və qarışdırırlar. Rəngli xloroform məhlulunu fotokalorimetrin qalınlığı 20 mm və ya 30 mm olan küvetə töküb, optik sıxlığını ölçürlər. İkinci küvetdə yoxlayıcı məhlul yerləşdirilir. Yoxlayıcı məhlulu hazırlamaq üçün 100 ml distillə suyu götürülür və nümunənin işlənməsində istifadə olunan reaktivlərdən və yuxarıda göstərilən əməliyyatlardan istifadə olunur. Ölçünü qırmızı filtirlə aparırlar.

Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün 100 ml ölçü kolbalarına 2;5; 10; 15; 20;25;30 ml yuyucu maddənin standart məhlulu tökülür və həcmi distillə suyu ilə 100 ml çatdırırlar. Yuyucu maddənin miqdarı dərəcəli qrafikə görə tapılır.

5.75.4. *Hesabatın aparılması*

Suda həll olan nekalın miqdarı (X) mq/l, aşağıdakı düstur ilə hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 100}{V}$$

a – dərəcəli qrafikə görə tapılan nekalın miqdarı, mq;

V – analiz üçün götürülən nümunənin həcmi, ml

5.76. Suyun tərkibində akrilonitrilin təyini

5.76.1. Akrilonitrilin vəsfi analizlə təyini

5.76.1.1. Metodun mahiyyəti. Bu metod akrilonitrilin natrium sulfidlə gedən reaksiyasına əsaslanır.

Reaksiya nəticəsində ayrılan azad qələvi timolftalein iştirakı ilə tədqiq olunan nümunəni göy rəngə boyayır.

5.76.1.2. Mane olan təsirlər. Turş və qələvi xarakterli natrium sulfitlə qələvi əmələ gətirən (aldehidlər) qarışıqlar analizin aparılmasına mane olur.

Azad karbon 4-oksidi reaksiya nəticəsində ayrılan qələvi ilə karbonatlar əmələ gətirir, bu da təyinin həssaslığını azaldır.

5.76.1.3. Avadanlıq və reaktivlər

- 2 ml bölgülü sınaq şüşəsi (hündürlüyü 180 mm, diametri 23 mm)
- 2N natrium sulfat məhlulu
- 0,1%-li timolftaleinin (indikator) spirtdə məhlulu

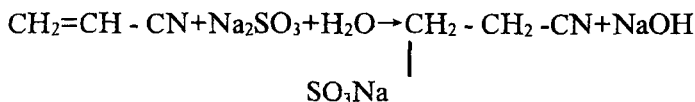
5.76.1.4. Analizin aparılması. Sınaq şüşəsinə 4 ml natrium sulfit və 6 ml analiz olunan nümunədən töküüb, tıxacla bağlayıb 2-3 dəqiqə qarışdıraraq ilıq suda saxlayırlar.

Sonra 5 damcı timoefalein əlavə edərək rəngin dəyişməsinə qeyd edirlər. 1 ml həcmdə 0,01 mq akrilonitril olması reaksiyanın həssaslığıdır.

Analiz olunan nümunədə akrilonitrilin miqdarı 0,002% olduqda zəif mavi rəng, 0,01% olduqda - intensiv mavi rəng, 0,02% və çox olduqda - göy rəng müşahidə olunur.

5.76.1.5. Akrilonitrilin cəki analizi ilə təyini. Bu metod akrilonitrilin natrium sulfitlə reaksiyası nəticəsində alınan qələvinin timolftaleinin iştirakı ilə turş məhlulu ilə titrlənməsinə əsaslanır.

Reaksiya aşağıdakı kimi gedir:



5.76.1.6. Avadanlıq və reaktivlər

- 300 ml həcmli kip tıxaçı konusvarı kolbalar.
- 50, 25 və 100ml ölçü silindirləri.
- Qum saati.
- 2 N natrium sulfit məhlulu:126 qram Na_2SO_3 1 litr suda həll edirlər. (Məhlulun saxlama müddəti 5 gündür). Məhlulun neytrallığını yoxlamaq üçün analiz aparılan şəraitdə yoxlama təcrübəsi aparılır. Məhlul rəngsiz olmalıdır və 1-2 damcı 0,1n qələvi məhlulu həll etdikdə göy rəng alınır. Lazım olduqda məhlulu hesablanmış miqdarda turşu ilə neytrallaşdırırlar və onun neytrallığını timolftaleinin iştirakı ilə yoxlayırlar.
- Məhlulun titri 0,01 qram akrilonitrilə bərabər olan 1n xlorid və ya sulfat turşusu.
- 0,1%-li timolftaleinin spirtə məhlulu.

5.76.1.7. Analizin aparılması. Titrlemə üçün istifadə olunan kolbaya 50 ml natrium sulfit məhlulu və 25 ml analiz olunan sudan töküb, tıxaçla bağlayıb 3 dəqiqə ilq ($30-36^\circ\text{C}$) suda qızdırılır və sudan çıxarılmamaq şərti ilə hərdən qarışdırılır. Sonra kolbanı sudan çıxarıb 1 dəqiqə çalxalayırırlar, 6-7 damcı indiqator əlavə edib göy rəng itənə kimi turşu məhlulu ilə titrləyirlər.

5.76.1.8. Hesabatın aparılması. Akrilonitrilin miqdarını (X) çəki %-i ilə aşağıdakı düstur ilə hesablanır:

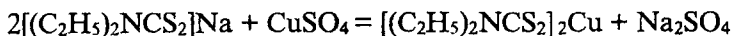
$$X = \frac{a \cdot 0,01 \cdot 100}{25}$$

Burada:

a - titrləməyə sərf olunan turşu məhlulunun miqdarı, ml;
0,01 - 1ml turşu məhluluna ekvivalent olan akrilonitrilin miqdarı.

5.77. İçməli suyun tərkibində misin təyini

Bu metod zəif ammoniyak məhlulunda ikivalentli mis ionlarının natrium dietilditiokarbonatla reaksiyası nəticəsində sarı-qonur rəngli mis dietilditiokarbonatın alınmasına əsaslanır.



Reaksiyaya mane olan dəmirin təsirini seqnet duzunun məhlulunu əlavə etməklə kənarlaşdırırlar.

5.77.1. Avadanlıq və reaktivlər

- Fotokalorimetr
- Şüşə qıf, diametri 60 ml
- Kağız filtr (ağ lent)
- 50-200 ml ölçü silindri
- 1 və 10 ml ölçü pipeti
- 200 ml farfor kasa və 200-300 ml kimyəvi stəkanlar.
- 50-100 ml ayrıcı qıf
- Universal indiqator kağızı
- Natrium dietilditiokarbonat, 1% məhlul. 1 qram natrium dietilditiokarbonatı az miqdar suda həll edib süzülər və distillə suyu ilə 100 ml-ə çatdırırlar; məhlulu bir ay ərzində tünd rəngli şüşədə saxlayırlar
- Seqnet duzu, 33 %
- 5 % ammonyak
- 4-xlorlu karbon
- 1:3 sulfat turşusu məhlulu
- Standart məhlul. 0,3928 qram mis sulfatı $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 1 litrlik ölçü kolbasında həll edib, həcmi distillə suyu ilə 1 litrə çatdırırlar. Alınan məhlulun 1 ml tərkibində 0,1 milliqram Cu vardır. Kalibr əyrisini qırmaq üçün standart məhlulu 10 dəfə durulaşdırırlar və alınan məhlulda misin miqdarı 0,01 mq/litr bu məhluldan 3-4 gün ərzində istifadə etmək olar.

5.77.2. Analizin aparılması

Mexaniki qarışıqları kənar etmək üçün analiz olunan çirkab suyunu süzülər. 50-200 ml çirkab suyuna (tərkibində misin miqdarı 0,01-0,07 mq olduqda) pH-2 olana qədər sulfat turşusunun məhlulunu əlavə edirlər və həcmi 20 ml qalana qədər buxarlandırırlar. Sonra məhlulu ayrıcı qıfa keçirib, stəkana və kasanı 5-10 ml distillə suyu ilə yaxalayıb məhlulun üzərinə tökürlər. Qıfa 1 ml seqnet duzunun məhlulunu əlavə edib, məhlulu qarışdırırlar, indiqator kağızına görə ammonyakla neytrallaşdırırlar. Neytrallaşdıqdan sonra 1 ml ammonyak və 1 ml natrium dietilditiokarbonat məhlulu əlavə edirlər. Məhlulu yaxşı qarışdırırlar 10 dəqiqədən sonra dəqiq 10 ml

dördxlorkarbon əlavə edirlər və 1 dəqiqə ərzində ekstraksiya edirlər. Mayenin təbəqələşməsini gözləyirlər və rəngli dördxlorkarbon qatını quru kağız filtirdən quru küvetə süzürlər. Məhlulu göy filtirlə kalorimetrdə təyin edirlər. Bununla bərabər 20 ml distillə suyu ilə və həmin reaktivlərlə yoxlayıcı təcrübə aparırlar.

5.77.3. Hesabatın aparılması

Suda misin miqdarını X mq/litr aşağıdakı düstur ilə hesablayırlar.

$$X = \frac{a \cdot 100}{V}$$

Burada:

a – dərəcəli qrafikə görə tapılmış misin miqdarı, mq;

V – analiz üçün götürülmüş suyun həcmi, ml.

5.77.4. Dərəcəli qrafikin qurulması

Ayırıcı qıflara mikrobüret vasitəsi ilə 1; 2; 3; 4;5;6 ml tərkibində 0,01 mq/ml olan standart məhlulu töküb distillə suyu ilə həcmi 20 ml çatdırırlar.

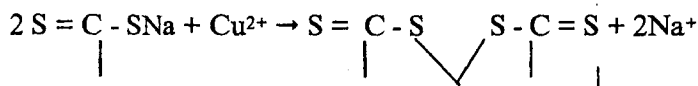
Sonra qıflara hərəsindən 1 ml, seqnet duzu, ammonyak və natrium dietilditiokarbonat məhlulları əlavə edib qarışdırırlar. 10 dəqiqədən sonra 10 ml dördxlorkarbonla ekstraksiya edib, təbəqələşməni gözləyirlər və aşağıdakı qatı 10 ml küveytə süzürlər və göy filtirlə kalorimetrik təyin edirlər. Bununla bərabər yoxlayıcı təcrübə aparırlar.

Fərqləndirici küvetə distillə suyu tökürlər. Yoxlayıcı təcrübəni nəzərə alaraq mis məhlulunun konsentrasiyasından optik sıxlığın asılılıq qrafiki qurulur.

5.78. Divinil istehsalatında çirkab sularında misin təyini

5.78.1. Metodun mahiyyəti

Bu metod mis ionlarının natrium dietilditiokarbonatla reaksiyası nəticəsində rəngli kompleks birləşmənin alınmasına əsaslanır.





Fotokolorimetrik üsulla rəngin intensivliyinə görə suyun tərkibindəki mis ionlarının miqdarı təyin olunur.

5.78.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Fotokolorimetr FEK – M
- 300 – 500 ml həcmli ayrıcı qıf
- 1; 5; 20ml həcmli Mor pipet
- 5 ml həcmli ölçü pipet
- 50 ml həcmli ölçü silindri
- 50 ml həcmli ölçü kolbaları
- Qatı azot turşusu
- 10 % ammonyak məhlulu
- İzoamil spirti
- 0,1 % natrium dietilditiokarbonat məhlulu
- Mis duzunun standart məhlulu

0,3939 qram $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ distillə suyunda həll edib həcmi 1 litrə çatdırırlar. Bu məhlulu 100 ml başqa ölçü kolbasında 1 litrə qədər durulaşdırırlar. Bu məhlulun 1 ml tərkibində 0,01 mq mis var.

5.78.3. Dərəcəli qrafikin qurulması

150-200 ml distillə suyu tökülmüş ayrıcı qıflara 1;2;3;4;5;...10 ml standart məhlulu əlavə edirlər. Sonra da 10 ml qatı azot turşusu əlavə edib, qarışdırırlar və zəif qoxu gələncə kimi 10 % -li ammonyak məhlulu ilə neytrallaşdırıb üzərinə 3 ml ammonyak məhlulu əlavə edirlər.

Qıfa 5 ml 0,1 % -li natrium dietilditiokarbonat məhlulu əlavə edib 3 dəqiqə ərzində qarışdırırlar. Sonra 30 ml izoamil spirti əlavə edib, 3-4 dəqiqə qarışdırıb, təbəqələşməyə qoyurlar. Təbəqələşəndən sonra rəngli təbəqəni quru filtirdən 50 ml həcmli kolbaya süzürülər. Rəngin intensivliyi çox olduqda 15-20 ml izoamil spirti ilə ekstraksiya yenidən təkrar olunur. Rənglənmiş təbəqəni də bu kolbaya süzüb izoamil spirti ilə həcmi 50 ml çatdırırlar və göy filtirli fotoelektrokolorimetrdə sıxlığını ölçürlər. Küvetin qalınlığı 30 mm-dir.

Müqayisə küvetində yoxlayıcı nümunə olmalıdır. Alınan nəticələrə görə dərəcəli qrafik qurulur. Absis oxunda- misin miqdarı, mq, ordinat oxunda - optik sıxlığın göstəriciləri qeyd olunur.

5.78.4. Analizin aparılması

300-350 ml ayırıcı qıfa 10-20 ml çirkab suyu töküüb (misin qatılığından asılı olaraq), üzərinə 10 ml qatı azot turşusu əlavə edib təzədən qarışdırırlar. Qıfdakı məhlulu zəif qoxu alınana kimi 10 % -li ammoniyak məhlulu ilə neytrallaşdırırlar və 3 ml ammoniyak məhlulu əlavə edirlər.

Analizin davamı kalibr əyrisinin quraşdırması zamanı aparılan analizlə eyni olur. Bununla bərabər «yoxlama» təcrübəsi aparılır. Məhlulun alınan optik sıxlığına görə dərəcəli qrafikdən analiz üçün götürülən nümunədə misin miqdarını təyin edirlər.

5.78.5. Hesabatın aparılması

Misin miqdarı X mq/litr aşağıdakı düstur ilə hesablayırlar:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – dərəcəli qrafikdən tapılan misin miqdarı, mq;

V – analiz üçün götürülmüş çirkab suyun həcmi, ml.

5.79. Çirkab sularında polimer dənəçiklərinin miqdarının təyini

5.79.1. Metodun mahiyyəti

Metod filtrasiya ilə sudan polimerin ayrılması və qurudulub çəkilməsinə əsaslanır.

Avadanlıq

- 2 №-li Şotta filtri
- 50 ml həcmli ölçü silindiri.

5.79.2. Analizin aparılması

Analiz olunan suyu saxlayıb 20-25 ml (polimerin miqdarından asılı olaraq) silindrə tökürlər. Sonra silindirdəki suyu şotta filtirdən (105°C-ə sabit çəkiyə gətirilir) süzülür.

Analizin aparılma müddətini azaltmaq üçün süzməni vakuum nasosunun köməyi ilə aparmaq olar.

Silindiri distillə suyu ilə yaxalayıb, filtərə boşaldırlar. Çöküntü ilə birlikdə filtiri 1,5 saat ərzində 105°C qurudulur, eksikatora soyudulur və analitik tərəzidə çəkilir.

5.79.3. Hesabatın aparılması

Polimerin miqdarını X q/litr aşağıdakı düstur ilə təyin edirlər.

$$X = \frac{(a - b) \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a - çöküntü ilə birlikdə filtirin çəkisi, qram;

b - boş filtirin çəkisi, qram;

V - analiz üçün götürülmüş suyun həcmi, ml.

5.80. Çaxır turşusunun iştirakı ilə çirkab sularında vanadimun təyini

5.80.1. Metodun mahiyyəti

Bu metodla vanadiumu kalium permanqanatla oksidləşdirərək beşvalentliyə çatdırırlar və miqdarını həcmi metodla təyin edirlər.

5.80.2. Avadanlıq və reaktivlər

- 500 ml həcmli konusvari kolbalar.
- 25 və 50 ml həcmli büretlər.
- 1; 10; 20 ml həcmli pipetlər.
- 25; 200 ml həcmli ölçü silindirləri.
- 5 % oksalat turşusunun məhlulu.
- 1 : 3 sulfat turşusu.
- Ortofosfat turşusu, xüsusi çəkisi - 1,7 q/sm³.
- 0,1 % -li fenilantranil turşusunun məhlulu

0,1 qram fenilantranil turşusunu 30-40 ml isti suda həll edilir, sonra onun üzərinə 0,2 qram susuz natrium karbonat ya da ki 0,6 qram kristallik natrium karbonat əlavə edib ümumi həcmi distillə suyu ilə 100 ml-ə çatdırırlar. Alınan məhlul süzülür, tünd rəngli şüşəyə boşaldılır və qaranlıq yerdə saxlayırlar. Məhlul 3 ay ərzində istifadəyə yararlıdır.

9. 0,01 N Mor duzunun məhlulu; 3,95q Mor duzunun tərkibində 50 ml qatı sulfat turşusu olan 200 ml suda həll edirlər və həcmi 1 litrə çatdırılır.

10. 0,01N kalium bixromat məhlulu.

5.80.3. Analizin aparılması

500 ml konusvarı kolbaya 20 ml analiz olunan çirkab suyunu töküb, üzərinə 20 ml sulfat turşusu əlavə edib, turşunun buxarları çıxana qədər buxarlandırır. Kolbanı soyudub üzərinə 100 ml su və 5 ml fosfat turşusu əlavə edib, vanadiumu beşvalentliyinə qədər davamlı çəhrayı rəng alana kimi kalium permanqanat əlavə etməklə oksidləşdirirlər. 5 dəqiqədən sonra bir neçə damcı oksalat turşusu əlavə edib, çəhrayı rəng itənə qədər qarışdırırlar. 2 dəqiqədən sonra yenə bir damcı oksalat turşusu əlavə edirlər. Sonra kolbaya 120 ml soyuq halda 1:3 nisbətində sulfat turşusu məhlulu və 0,5 ml fenilantranil turşusu (çəhrayı rəng alınana kimi) əlavə edib, çəhrayı rəng zəif rəngə keçənə kimi Mor duzu ilə titrləyirlər.

5.80.4. Hesabatın aparılması

Vanadiumun miqdarını (mq/l) aşağıdakı düstur ilə hesablayırlar:

$$X = \frac{A \cdot K \cdot 0,50942 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

A - titrləməyə sərf olunan 0,01N Mor duzu məhlulunun həcmi, ml;

K - Mor duzu məhlulunun qatılığının dəqiq 0,01N-a çatdıran düzəliş əmsalı;

0,50942 - 0,01 N Mor duzu məhlulunun 1 ml-ə uyğun olan vanadiumun miqdarı, mq;

V - analiz üçün götürülən çirkab suyunun həcmi, ml

Qeyd: Düzəliş əmsalını tapmaq üçün 200 ml həcmli konusvari kolbaya 10 ml 0,01N kalium bixromat məhlulu töküb, üzərinə 100 ml su, 10 ml sulfat turşusu, bir neçə damcı fenilantranil turşusu əlavə edib rəngi çəhrayidan yaşıl keçənə kimi Mor duzu məhlulu ilə titrləyirlər.

Düzəliş əmsalı *K* aşağıdakı düstur ilə hesablanır.

$$K = \frac{V \cdot K_1}{V_1}$$

Burada:

V – analiz üçün götürülmüş $K_2C_2O_7$ məhlulunun həcmi, ml;
 V_1 – titrləməyə sərf olunan Mor duzu məhlulunun həcmi, ml;
 K_1 – kalium bixromat məhlulunun düzəliş əmsali.

5.81. Çirkab sularında lüminisent metodu ilə neft məhsullarının təyini

5.81.1. Metodun mahiyyəti

Metod xloroform vasitəsi ilə sudan neft məhsullarının çıxarılması, onların xromatoqrafik kağızda qatılaşması və alınan fluorensiyanın intensivliyinin flüorometr vasitəsi ilə ölçülməsinə əsaslanır.

5.81.2. Avadanlıq və reaktivlər

- GF-3M flüorometr.
- Lüminisens işıqlandırıcısı (civə-kvars lampası PRK-4; PRK-2; UFS-3; UFS-4; UFS-6) ya UM-1 və KP-1N tipli cihazları.
- Analitik tərəzi.
- Quruducu şkof.
- Su hamamı
- 1 litr həcmli ayrıcı qıf
- 70-100 ml həcmli kimyəvi stəkan
- Kip tıxaclı sınaq şüşəsi
- 10 ml pipetka
- 100 ml həcmli ölçü kolbası
- Universal indiqator kağızı
- «B» xromatoqrafik kağız və ya xloroformla işlənmiş 0,7 x 20 mm ölçülü zolaqlarla kəsilmiş filtr kağızı
- Xloroform
- Heksan
- 10 %-li sulfat turşusu məhlulu
- 10 %-li ammonyak məhlulu

5.81.3. Təyinat hazırlıq

Xromotoqrafik kağızın işlənməsi

«B» xromotoqrafik və ya adi filtr kağızını 0,7×20 mm zolaqlara kəsib, içinə 5-7 ml xloroform tökülmüş sınaq şüşəsinə yerləşdirilir və xloroformun tam buxarlanmasına qədər saxlayırlar.

5.81.4. Analizin aparılması

Ayırıcı qıfa 500 ml çirkab suyu töküb, sonra mühtdən asılı olaraq onu ya 10 %-li sulfat turşusu yada ki, 10%-li ammonyak məhlulu ilə neytrallaşdırırlar. Reaksiyanın neytrallığını universal indiqator kağızı ilə yoxlayırlar.

Sonra neft məhsullarını 15 ml xloroformla 2-3 dəqiqə çalxalamaqla 2 dəfə ekstraksiya edirlər. Mayeni təbəqələşməyə qoyurlar və sonra alt təbəqəni 70-100 ml həcmli stəkana süzürlər.

Xloroformda neft məhsullarının alınan ekstraktını 40-45°C-də quruducu şkafta və ya su hamamında 10-15 ml həcmə qədər buxarlandırırlar.

Sonra neft məhsullarının qatılmasını xromotoqrafik kağız zolaqlarında aparırlar. Bunun üçün içərisində ekstrakt olan stəkana xromotoqrafik kağızın zolağını elə yerləşdirirlər ki, o stəkanın divarlarına toxunmasın və onun ucu stəkanın dibinə çatsın.

Bu kağızı 16-18 saat xloroform tam buxarlanana qədər bu vəziyyətdə saxlayırlar. Eyni zamanda xloroformla yoxlama təcrübəsi aparırlar. Bunun üçün kimyəvi stəkana 10 ml xloroform töküb, yuxarıda göstərilən kimi xromotoqrafik kağızı yerləşdirirlər.

Xromotoqrafik və yoxlayıcı təcrübənin kağızlarının analizinin növbəti mərhələsi aşağıdakı ardıcılıqla aparılır. Qatılma aparılan stəkanlara pipet vasitəsi ilə 7 ml heksan əlavə edib 40-45 dəqiqə gözləyirlər. Sonra qaranlıqda lüminissent işıqlandırıcısının altında kağızlara baxıb karandaşla lüminissent zamanı sərhədlərini qeyd edirlər. Sonra qeyd olunan işıqsaçan sahələri kəsib ağız kəpəyi ilə bağlanan sınaq şüşəsinə yerləşdirib üzərinə 10 ml heksan əlavə edib, saxlayıb və 30 dəqiqə saxlayırlar. 30 dəqiqədən sonra alınan heksan məhlulunu fluorometrin sınaq şüşəsinə keçirib və onun fluoresensiya intensivliyini flüorometridə ölçürlər.

Analiz olunan nymunədə neft məhsullarının miqdarını kalibr əyrisinə görə tapırlar.

5.81.5. Dərəcəli qrafikin qurulması

Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün 5-6 litr çirkab suyunu universal indiqator kağızına görə pH 7-8 qədər neytrallaşdırırlar. Ayırıcı qıfa 500 ml su töküüb üzərinə 15-20 ml xloroform əlavə edib 2-3 dəfə neft məhsullarını ekstraksiya edirlər. Xloroform məhlullarını birləşdirib özlülü tünd-qonur neft məhsulu alınana kimi 40-45°C -də su hamamında buxarlandırırlar. Sonra 3-4 saat ərzində 60±3°C temperaturda qurudurlar. 0,01÷0,03 qram neft məhsulunu 100 ml ölçü kolbasında xloroformda həll edilərək standart məhlul hazırlanır. Sonra stəkanlara 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 ml standart məhlul töküüb, üzərinə 10 ml xloroform əlavə edib, xromotoqrafik kağız zolaqlarında neft məhsullarını qatılaşdırırlar və yuxarıda göstəriləyi kimi, lüminisensiyanın intensivliyini ölçürlər.

Paralel olaraq yoxlayıcı təcrübə aparırlar.

Ordinat oxunda fluorometrin göstəricilərini, absis oxunda isə – neft məhsullarının miqdarı milliqramla qeyd olunur.

5.81.6. Hesabatın aparılması

Suda neft məhsullarının miqdarı X (mq/l) aşağıdakı düstur ilə hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada:

X – analiz olunan suda neft məhsullarının miqdarı, mq/litr;

a – kalibr əyrisinə görə tapılan neft məhsullarının miqdarı, mq;

V – analiz üçün götürülmüş tədqiq olunan suyun miqdarı, ml.

5.82. Çirkab sularında infraqırmızı spektirin sahəsində spektrometrik metoddla yağların təyini

5.82.1. Metodun mahiyyəti

Metod 2925 sm⁻¹ tezlikdə olan infraqırmızı şüalanma enerjisini udmaq qabiliyyətinə əsaslanır. Bu da yağların əsas hissəsini (80±10

%) təşkil edən CH_2 -qruplarının miqdarına uyğun olduğundan, qrupların təyini yağların ümumi miqdarının təyininə imkan verir.

Çirkab sularında yad dördxlorlu karbon vasitəsi ilə ekstraksiya olunur. Ekstraktı quruyana qədər CCl_4 -ü buxarlandırmaqla qatılaşıdırırlar. Quru qalıq CCl_4 -lə işlənir.

Qatılaşıdırılmış ekstraktın spektri $2730\text{-}3085\text{ sm}^{-1}$ diapazonda İKS-14 infraqırmızı spektrometrdə yazılır və 2925 sm^{-1} tezlikdə optiki sıxlıq hesablanır. Yağın miqdarı optiki sıxlığın optiki qatılıqdan asılılığını göstərən formula ilə hesablanır.

5.82.2. Avadanlıq və reaktivlər

- LiF prizmalı İKS-14 (İKS-14A, İKS-22 və s.)
- Maye çalxalayan cihaz
- Küveyt
- Kip tıxaclı 3 litrlik şüşə qablar
- 1,5 litr və 100 ml həcmli ayrıcı qıflar
- 10 ml və 50 ml pipetlər
- Bükslər
- Dördxlorlu karbon

5.82.3. Analizin aparılması

3 litrlik şüşə qaba 1 litr çirkab su töküb üzərinə 50 ml dördxlorlu karbon əlavə edirlər. 20 dəqiqə ərzində qarışdırırlar. Şüşə qabda olan məhlulun 1 litrini ayrıcı qıfa boşaldırlar.

Təbəqələrə ayrıldıqdan sonra döröxlorlu karbon təbəqəsini az miqdarda analiz suyundan götürməklə 100 ml həcmli ayrıcı qıfa boşaldırlar. Mayenin ikinci dəfə təbəqələşməsini gözləyirlər.

Ekstraksiyanı 2-3 dəfə aparırlar. Ekstraktı filtirdən keçirib üzərinə 20 ml CCl_4 stəkana boşaldılır. CCl_4 sorucu şkafda 70°C -də su hamamında buxarlandırılır. Ekstraktla bərabər başqa 100 ml stəkanda eyni su hamamında 50 ml təmiz dördxlorlu karbonu buxarlandırırırlar.

Alınan çöküntülərin üzərinə 10 ml dördxlorlu karbon əlavə edilir. Sonra işçi küvetə analiz olunan suyun qatılaşıdırılmış yağ ekstraktı, müqaisə küvetinə isə 50 ml təmiz dördxlorlu karbonun buxarlanmasından alınan çöküntü məhlulu tökülür.

2730-3085 sm^{-1} diapazonda spektr qeyd edilir. Barabanın sürətinin tezliyi 4,5-dir, kağız barabanın sürəti 3-dür. Qeyd olunan spektrin uç nöqtəsindən fon xətt çəkilir.

Optik sıxlıq D aşağıdakı düstur ilə hesablanır.

$$D = \ln \frac{J_0}{J}$$

Burada:

C_0 – nümunə üzərinə düşən şüalanmanın intensivliyi,

C – nümunədən keçən şüalanmanın intensivliyi.

5.82.4. Hesabatın aparılması

Yağın qatılığını (C) mq/l aşağıdakı düstur ilə hesablayırlar:

$$C = \frac{0,417 \cdot V_1 \cdot D}{l - V_2} \cdot \frac{4,17 \cdot D}{V_2}$$

Burada:

0,417 – CH_2 -nin bir qrupunun udma əmsali,

V_1 – qurudulmuş ekstraktın həll olunmasına sırf olunan 10 ml dördxlorlu karbonun həcmi,

D – 2925 sm^{-1} tezlikdə optik sıxlıq,

l – küvetin uducu təbəqəsinin qalınlığı, 1sm;

V_2 – analiz üçün götürülən çirkab suyunun həcmi

5.83. Çaxır turşusunun iştirakı ilə çirkab sularında kalorimetrik üsulu ilə alüminonla alüminiumun təyini

5.83.1. Metodun mahiyyəti

Bu metod alüminium duzlarının müəyyən şəraitdə alüminonla al-qırmızı rəngli lakin alınmasına əsaslanır.

Kolorimetrik üsulu ilə alüminola alüminiumun təyininə dəmirin, floridlərin, polifosfatların, hidrogen sulfitin, xlorun, çaxır turşusunun, boyaq maddələrinin və civənin iştirakı mane olur.

Mane olan dəmirin və çaxır turşusunun kənarlaşdırılmasını analizin gedişatında görmək olur.

5.83.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr FEK-H-57
- Mufel sobası.
- 100,250 ml həcmli ölçü kolbaları.
- 50 ml həcmli çini tiqel.
- 1,2,5 ml həcmli pipet.
- 25 ml həcmli ayrıcı qıf.
- 1 N və qatı xlorid turşusu.
- 8 5 N-ammonyak məhlulu.
- Amil spirti.
- 10.3 N ammonyak asetatın məhlulu.
- 11. Dietil efiri
- 12. 10 %-li kalium rodanit məhlulu
- 20 %-li natrium qələvi məhlulu
- 0,1 % -li alüminon (anrintrikarbon turşusunun ammonium duzu) məhlulu 2 saatdan sonra istifadə olunur.

100 ml/l standart alüminium məhlulunu alümkalium zəyindən hazırlayırlar.

5.83.3. Təyinat hazırlıq

Dərəcəli qrafikin qurulması

Dərəcəli qrafiki standart məhlulun iştirakı ilə qurulur. 250 ml ölçü kolbasında 437 ml alümkalium zəyin həll edilməsi ilə standart məhlul hazırlanır. 100 ml ölçü kolbalarına pipet vasitəsi ilə 0,2; 0,3; 0,4ml və sairə standart məhlul töküüb üzərinə 20 ml su, 5 ml 1 N xlorid turşusu məhlulu, 5 ml 3N ammonium asetat və 2,5 ml 0,1% alüminium karbonat əlavə edib həcmi distillə suyu ilə 100 ml çatdırılır. Sonra alınan məhlulu yaşıl filtirlə 5mm qalınlığı küveytdə kolorimetrləyirlər. Müqaisə küveytinə distillə suyu tökürlər.

Dərəcəli qrafikin qurmaq üçün ordinat oxunda standart məhlulu (yoxlayıcı məhlulun optiki sıxlığı nəzərə alınmaqla) optik sıxlığını absis oxunda isə alüminiumun miqdarı, mq/litrə qeyd olunur. Yoxlayıcı məhlulda alüminiumun miqdarını təyin edərkən analizdə istifadə olunan bütün reaktivlərdən istifadə olunur.

5.83.4. Analizin aparılması

Alüminiumun kalorimetrik təyininə dəmir və çaxır turşusu mane olur. Buna görə də dəmir əvvəlcədən kənarlaşdırılmalı, çaxır turşusu isə parçalanmalıdır.

Alüminonla alüminiumun təyini. İstifadə olunan reaktivlərin nisbəti, temperaturu və məhlulun həcmi alüminonla alüminiumun təyininə güclü təsir edir. Buna görə də rəngli məhlulların hazırlanma qaydalarına ciddi riayət etmək lazımdır. Dəmirin təyini üçün 25 ml həcmli ayırıcı qıfa 10 ml analiz olunan suyu töküüb, üzərinə 2 damcı qatı xlorid turşusu, 1 ml 10%-li kalium rodanit məhlulu və 5 ml (1:1) efir-amil qarışığı əlavə edirlər.

Qıfdakı mayeni qarışdırıb suyu ayırırlar. Efir-amil təbəqəsi rəngsiz olana kimi ekstraksiyanı təkrar edirlər. Sonra pipet ilə sudan elə həcmdə götürürlər ki, onun tərkibində alüminiumun miqdarı $0,01 \pm 0,1$ mq olsun. Götürülən su nümunəsini çini tiqelə boşaldırlar və tiqeli elektrik sobasında buxarlandırırlar. Sonra tiqelin içindəki çaxır turşusunu parçalamaq üçün, ağ çöküntü alınana kimi 600°C temperaturda mufel sobasında közərdirlər. Tiqel soyuduqdan sonra çöküntünü 5 ml xlorid turşusunda 1:1 nisbətində həll edib, məhlulu 100 ml ölçü kolbasına boşaldırlar. Tiqeli distillə su ilə yaxalayıb, həmin kolbaya boşaldırlar. Alınan məhlulu açıq çəhrayı rəng alınana qədər fenoltaleinin iştirakı ilə 20%-li natrium qələvisi ilə neytrallaşdırırlar. Sonrakı mərhələlər standart məhlulun analizində olduğu kimi aparılır.

Fotokalorimetrdə optiki sıxlığı təyin etdikdən sonra kalibr əyrisinə görə nümunədə alüminiumun miqdarını təyin edirlər. Sonra durulaşmanı nəzərə alaraq, ilkin götürülmüş suda alüminiumun miqdarını $X(\text{mq/litr})$ təyin edirlər.

$$X = C \cdot P$$

Burada:

C – kalibr əyrisinə əsasən tapılan alüminiumun qatılığı, mq/litr;

p - durulaşmanın dərəcəsi.

5.84. Təbii suyun tərkibində misin təyini (qurğuşun dietilditiokarbominatla)

Təbii suyun tərkibində mis həm ion, həm də müxtəlif üzvi və qeyri-üzvi maddələrlə kompleks birləşmələr formasında olur. Təbii sular da misin miqdarı adətən bir neçə mkq/l-ə çatır. Ümümsanitar göstəricisinə görə içməli su anbarında suyun tərkibində misin buraxıla bilən həddi 0,1mq/l olmalıdır.

Misin ən asan və həssas təyini üsulu qurğuşun dietilditiokarbominatdan istifadə üsuludur. Bu metod çirkab suları üçün nəzərdə tutulub. Suyun tərkibində olan misin kompleks birləşmələrini parçalamaq və ion formasına gətirmək üçün tədqiq olunan suya qabaqcadan külsüzləşdirirlər.

5.84.1. Metodun mahiyyəti

Bu metod turşu mühitində (pH 1÷2) ikiqat qovulmuş xloroformda həll olunmuş qurğuşun dietilditiokarbominatla $[N(C_2H_5)_2CS_2]$ Rb mis ionları arasında gedən yerdəyişmə reaksiyasına əsaslanır.

Mis karbominatın rəngi sarıdır, qurğuşun karbominat isə rəngsizdir. Mis qurğuşunu sıxışdıraraq xloroform təbəqəsinə keçir və onu sarı rəngə boyayır. Bu metodika ilə 2÷60 mkq/l Cu^{+2} ionlarının miqdarını təyin etmək olar.

5.84.2. Misin təyininə mane olan təsirlər

Suda bismutun miqdarı 30 mkq/litrdən çox olduqda (bu nadir hallarda olur) misin dietilditiokarbominatla təyin olunmasına mane ola bilər.

5.84.3. Avadanlıq və reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr
- Ölçü kolbaları
- Ayrıcı qıflar
- Pipetlər
- Sınaq şüşəsi
- Qurğuşun dietilditiokarbomina t50÷100 ml bidistillatda 0,1qram qurğuşun asetatı həll edib, üzərinə suda həll olmuş 0,1

qram natrium əlavə edib dietilditiokarbominatın ağ çöküntüsü əmələ gəlir. Çöküntü ilə bərabər məhlulu ayırıcı qıfa keçirib üzərinə 250 ml xloroform əlavə edib, qarışdırırlar. Çöküntü xloroformda həll olur. Su təbəqəsini kənarlaşdırıb xloroformu qutu filtirdən 500 ml-lik kolbaya süzülər və həcmi xloroformla 500 ml-ə çatdırırlar. Reaktivini tünd rəngli şüşədə 3 ay ərzində saxlamaq olar.

- İkiqat qovulmuş xloroform
- Təmizlənmiş HCl 1:1. Təmizlənmiş turşunu almaq üçün onu 1:1 nisbətində bidistillatla durulaşdırıb qovurlar. İlk qovulan hissə atılır. Alınan bidistillatın qatılığı 6 N olmalıdır.
- Misin əsas məhlulu.
- 0,3228 q Cu SO₄ 5H₂O bidistillatda həll edilir və 1 litrə çatdırılır. Alınan məhlulun 1 ml-in tərkibində misin miqdarı 0,1 mq-dır.
- Əsas məhlulu 100 dəfə durulaşdırmaqla işçi məhlul alınır. Bu məhlulun 1 ml-də mis 0,001 mq olur.
- Təmizlənmiş ammonyak. Qapağı kip bağlanan eksikatorun içində qatı ammonyak məhlulunun üzərində olan kationitləşdirilmiş suyun ammonyakla doydurulması ilə hazırlanır.

5.84.4. Qabların təmizlənməsi

- Xlorid turşusu (qovulmuş) ilə yaxalayırlar.
- Bidistillə suyu ilə yaxalayırlar.
- 1 %-li trilon V ilə yaxalayırlar.
- 5–6 dəfə bidistillatla yaxalayırlar.

Quruduqdan sonra lazım olduqda bütün qablar xloroformla yaxalanır.

5.84.5. Analizin aparılması

100 ml turşulaşdırılmış suyu metilorancın iştirakı ilə ammonyakla neytrallaşdırıb 250 ml həcmli ayırıcı qıfa keçirirlər, üzərinə 5 damcı xlorid turşusu (1:1) və büretkadan dəqiq 10 ml xloroformda həll olunmuş qurğuşun dietilditiokarbomiat məhlulu əlavə edib 2 dəqiqə ərzində intensiv qarışdırırlar. Maye təbəqələşdikdən sonra, xloroform təbəqəsini ağzi kip bağlanan sınaq şüşəsinə boşaldıb, göy filtirli FEK-də 10mm küvetdə optiki sıxlığı ölçürlər.

Müqayisə məhlulu kimi 200 ml bidistillat götürüb üzərinə 10 damcı xlorid turşusu (1:1) və 20 ml qurğuşun dietilditiokarbominat əlavə edirlər və 2 dəqiqə qarışdırırlar.

5.84.6. Dərəcəli qrafikin qurulması

Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün aşağıdakı miqdarlarda işçi məhluldan götürürlər: 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0

İşçi məhlulun 1 ml-də misin miqdarı 0,001mq-dır(1mkq).

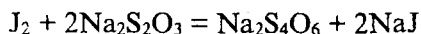
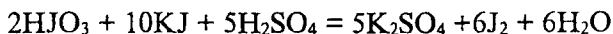
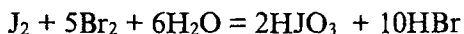
Ekstraksiyanı metodikada göstərdiyi kimi aparırlar.

Qaranlıq yerdə saxlamaq şərti ilə işçi məhlul 5-6 gün ərzində davamlıdır.

5.85. Həcmi üsulu ilə suda yodun təyini

5.85.1. Metodun məhiyyəti

Bu metod yodun bromla oksidləşməsi nəticəsində yodatın alınmasına və alınan yodatın natrium tiosulfat məhlulu ilə titrləməsinə əsaslanır.



5.85.2. Avadanlıq və reaktivlər

- 250-300 ml ölçülü konusvari kolbalar
- Pipetlər
- Büretlər
- 30 %-li sulfat turşusu məhlulu
- Kalium yod
- Qatı brom
- 0,005N natrium tiosulfat məhlulu
- 1 %-li kraxmal məhlulu

5.85.3. Analizin aparılması

Konusvari kolbaya 100 ml ikiqat qovulmuş distillə suyu töküb, pipet vasitəsi ilə 1-2 ml süzölmüş çirkab suyu əlavə edirlər. Kolbanın içindəki mayeni 2 ml sulfat turşusu ilə turşulaşdırırlar (konqo kağızı göy rəngə boyanır), 2-3 ml brom əlavə edib, brom tam həll olana qədər qarışdırırlar. Bromun artıq hissəsini məhlul rəngsizləşənə və brom qoxusu yox olana qədər 15 dəqiqə qaynatmaqla kənarlaşdırırlar.

Kolbanı soyudurlar, 2 ml 30 %-li sulfat turşusu və 2 ml 10 % kalium yod məhlulu əlavə edib, qarışdırırlar. 5 dəqiqədən sonra ayrılan yodu 0,05N natrium tiosulfat məhlulu ilə titrləyirlər.

5.85.4. Hesabatın aparılması

Çirkab sularında yodun miqdarı (X) mq/l aşağıdakı düstur ilə hesablanır.

$$X = \frac{a \cdot k \cdot 0,10575 \cdot 1000V}{V}$$

a - nümunənin titrlənməsinə sərf olunan 0,005 N çatdırılan düzəliş əmsali;
0,10575 – 1ml 0,005N natrium tiosulfat məhluluna uyğun olan yodun miqdarı;

V – analiz üçün götürülən çirkab suyunun həcmi, ml.

Yoxlayıcı təcrübə aparıldıqda, hesabat aşağıdakı düstur ilə hesablanır.

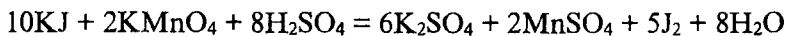
$$\frac{(a - b) \cdot k \cdot 0,10575 \cdot 1000}{V}$$

Burada *b* – yoxlayıcı təcrübənin titrlənməsinə sərf olunan 0,005 N natrium tiosulfat məhlulunun həcmi.

5.86. Potensiometrik metodla suda yodun təyini

5.86.1. Metodun mahiyyəti

Bu metod turş mühitdə kalium permanqanatla yodun oksidləşməsinə əsaslanır.



5.86.2. Avadanlıq və reaktivlər

- pH- metr, platin və kolomelektrodlu potensiometr
- 5 – 10 ml həcmli avtobüret
- 50 ml titrləmək üçün stəkan
- 15, 70 ml həcmli pipet
- Elektromaqnit qarışdırıcı
- 0,01 N kaliumpermanqanat məhlulu
- 4 N sulfat turşusu məhlulu

5.86.3. Analizin aparılması

Analiz aparılması üçün quru stəkana 10 ml su nümunəsi ilə 5 ml 4N sulfat turşusu qarışdırılır və məhlula elektrodlar yerləşdirilir. Hər bir analizin aparılmasından əvvəl elektrodlar distillə suyu ilə yaxşı yuyulur və filtr kağızı ilə qurudurlar.

Titrləmədə əvvəl stəkanın içindəkini yaxşıca qarışdırıb, ilkin potensialı qeyd edirlər. Qarışdırma elektromaqnit qarışdırıcıda aparılır. Qarışdırma zamanı elektrodlar maye ilə örtülü olmalıdır və stəkanda olan maye ilə ətrafa sıçramamalıdır.

Titrləmənin sürəti 3 saniyədə 1 damcıdır. Titrləmə prosesində hər dəfə permanqanat əlavə etdikdə məhlulu qarışdıraraq göstəriciləri qeyd edirlər.

Hər dəfə məhlulun potensialını göstərən ox şkalının axırına çatanada ölçmə həddi tutqacı vasitəsi ilə gərginlik tənzimlənir.

Titrləmənin əvvəlində elektrodlararası potensialın dəyişməsi cüzdür (5-10mv).

Ekvivalent nöqtəsinə çatdıqda potensiallar fərqi 15-20 mv qədər yüksəlir və ekvivalent nöqtəsində birdən çoxalaraq 70 və 70-dən də çox mv-a çatır. Ekvivalent nöqtəsinə çatdıqda, ölçünü dəqiqləşdirmək üçün 0,05 ml 0,01 N kalium permanqanat məhlulu əlavə edirlər. Məhlulun potensialının ən yüksək qiyməti suyun tərkibində olan yodun miqdarına ekvivalent sayılır.

Titrləmədən sonra elektrodları distillə suyu ilə yuyurlar.

5.86.4. Hesabatın aparılması

Suda olan yodun miqdarını (X) mq/l aşağıdakı düstur ilə hesablayırlar:

$$X = \frac{a \cdot k \cdot 0.001269 \cdot 1000 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

a – titrləməyə sərf olunan 0,01N kalium permanqanat məhlulunun həcmi, ml;

k - kalium permanqanat məhlulunun qatalığını dəqiq 0,01N-a gətirən əmsal;

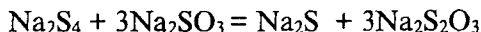
0,001269 – 1 ml 0,01N kalium permanqanat məhluluna uyğun olan yodun miqdarı;

V – analiz üçün götürülən nümunənin həcmi, ml

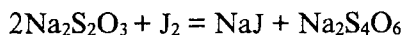
Qeyd: Suda yodun miqdarı çox olduqda titrləmək üçün 0,1N kalium permanqanat məhlulundan istifadə olunur.

5.87. Qələvili çirkab sularında sulfidli kükürdün təyini

Bu metod polisulfidlərin natrium sulfitlə qarşılıqlı təsirinə əsaslanır.



Bu zaman alınan natriumtiosulfatı yodla titrləyərək təyin edirlər.



5.87.1. Avadanlıq və reaktivlər

- Konusvari kolbalar (250-300ml)
- Büret (50 ml)
- Mor pipetsı (20 və 50 ml)
- Ölçü silindirləri (10;25 və50ml)
- Ölçü kolbası (200 ml)
- 5 %-li təzəhazırlanmış natrium sulfit məhlulu
- 30-40 % formaldehid məhlulu
- 10 % natrium asetat məhlulu
- 10 % sirkə turşusu məhlulu
- 10 % sink sulfit məhlulu
- 0,1N yod məhlulu
- 0,5% kraxmal məhlulu

5.87.2. Analizin aparılması

Konusvari kolbaya pipet vasitəsi ilə 40 ml durulaşdırılmış qələvili çirkab suyunu töküüb 30 ml natrium sulfit məhlulu əlavə edib 10-15 dəqiqə 50°C-yə qədər su hamamında qızdırırlar. Məhlulun rəngsizləşməsinə natrium sulfitlə gedən reaksiyanın qurtarmasını göstərir. Sonra məhlulu soyudub, natrium sulfiti çökdürmək üçün 20 ml sink sulfit əlavə edib, qarışdırırlar. Alınan məhlulu ölçü kolbasına süzürlər, filtirdə qalan çöküntünü distillə suyu ilə yuyurlar və kolbadakı məhlulun həcmi 200 ml-ə çatdırırlar. Qarışdırdıqdan sonra alınan məhlulun 50 ml-ni pipet vasitəsi ilə konsvari kolbaya boşaldıb, artıq qalan natrium sulfitin neytrallaşması üçün 5 ml formaldehid məhlulu və sonra üzərinə 20 ml sirkə turşusu əlavə edib 20 dəqiqə gözləyirlər. Kolbanın içindəkiləri məhlul rəng alana qədər kraxmalın iştirakı ilə yod məhlulu ilə titrləyirlər.

5.87.3. Hesabatın qaydası

1 ml durulaşdırılmış qələvi çirkab suyunda olan kükürdün birləşməsinə sərf olunan 0,1N yod məhlulunun miqdarı (y_1)- ml

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 200 \cdot 500}{10 \cdot 50 \cdot 40}$$

Burada:

b - titrləməyə sərf olunan 0,1N yod məhlulunun miqdarı;

K - yod məhlulunu dəqiq 0,1N-a catdıran düzəliş əmsalı;

X_1 - 1 ml tetrasulfid məhlulunda olan natrium tiosulfidin birləşməsinə sərf olunan 0,1N yod məhlulu - polisulfidlərin qatılığını müəyyənləşdirdikdə təyin edilir;

y_1 -də olan kükürdün qram-atomları aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$y_2 = \frac{V \cdot 0,003207 \cdot 1000}{X_4 \cdot 32,07} + 1,0$$

burada:

0,003207 - 1 ml 0,1N yod məhluluna uyğun olan kükürdün miqdarı, qram;

32,07 - 1 mol kükürdün çəkisi, qram;

X_4 - polisulfid məhlulunun qatılığının təyini zamanı hesablanan 1 litr məhlulun tərkibindəki polisulfidlərin mollarının miqdarı.

5.88.Çirkab sularında izopropil spirti, diizopropil efiri və toluolun təyini

5.88.1. Metodun mahiyyəti

Bu metod komponentlərin xromotoqrafik ayrılmasına və daxili standartların istifadəsi ilə onların miqdarının təyininə əsaslanır.

5.88.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Alovlu ionlaşma detektorlu xromotoqraf
- Kərpicin çəkisinin 10 5-i qədər səthinə trietarolaminin tri-β-sianetil efiri hopdurulmuş diatomit kərpici (0,25÷0,5 mm fraksiya) ilə doldurulmuş uzunluğu 1m, daxili diametri 4mm olan xromotoqrafik kalonka
- 10 mkl həcmli şpris – 2ədəd
- Hidrogen
- Daşıyıcı qaz - helium yaxud arqon
- Qurudulmuş və üzvi qarışıqlardan təmizlənmiş hava
- 25 ml həcmli pipet
- Şlifi $d=12,5$ mm tutqaçlı təxac olan konusvari kolba (həcmi 50 ml)
- 50 ml həcmli ölçü silindri
- 200 ml həcmli yumrudibli kolba
- Tetrahidrofuran
- Qovulmuş izopropil spirti
- Qovulmuş diizopropil efiri
- Toluol

5.88.3. Analizə hazırlıq

200 ml həcmli yumrudibli kolbada 2 saat 900°C -də közərdilən 20 sm^3 diatomit kərpici (0,25÷0,5 mm fraksiya) çəkilir. Kolbanı su hamamına qoyurlar (40°C -də) və vakuum altında asetonu qovurlar. Asetonun qoxusunu kənarlaşdırmaq üçün kolbanı daşıyıcı ilə birlikdə 30-40 dəqiqə quruducu şkafa qoyurlar (60°C). Bu üsulla hazırlanmış kərpicin tozunu kənarlaşdırmaq üçün onu ələkdən keçirib $0,25\div 0,5$ mm ölçülü dənəvər fraksiyasına yığırlar.

5.88.4. Kolonkanın doldurulması

Doldurmada əvvəl kolonkanı benzin, aseton və ya efirlə yuyub hava axını ilə qurudurlar. Sonra daima döyücləməklə kolonkanı hazır doldurucu ilə doldururlar.

5.88.5. Analizin aparılması

50 ml həcmli ölçü kolbasına 25-40 ml su nümunəsindən götürüb, tutqaclı tıxac ilə bağlayıb 0,0002 qram dəqiqliklə çəkirlər və şpris vasitəsi ilə 1 damcı daxili standart-tetrahidrofuran əlavə edib yenidən çəkirlər. Tetrahidrofuranın çəkisini tapırlar. Xromotoqrafda təcrübənin parametrlərini təyin edirlər.

1. Kolonkanın temperaturu – 56°C
2. Buxarlandırıcının temperaturu – 100°C
3. Qazdaşıyıcının sürəti – 28 ml/dəq
4. Artma şkalası 1; 3; 10
5. Giriş müqaviməti – 10^7 və 10^9 om

Cihaz işçi rejiminə çıxdıqdan sonra xromotoqrafın buxarlaşdırıcısına 8 mkl analiz olunan su nümunəsi daxil edirlər.

Komponentlərin çıxma ardıcılığı şəkil 5.2-də göstərilib.

Alınan xromotoqramlara görə daxili standartın köməyi ilə diizopropil efiri, izopropil spirti və toluolun miqdarını (mq/l) aşağıdakı formula ilə hesablayırlar.

$$X = \frac{A_1 \cdot C \cdot 1000 \cdot K}{A_2 \cdot B}$$

Burada:

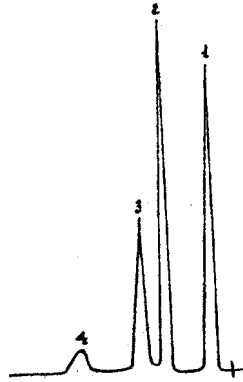
A_1 – izopropil spirtinin (diizopropil efiri və toluolun) pikinin sahəsi, mm^2 ;

A – tetrahidrofuran pikinin sahəsi, mm^2 ;

B – analiz üçün götürülmüş nümunənin həcmi, ml;

C – daxil olunan tetrahidrofuranın miqdarı, mq;

K – düzəliş əmsah.



Şəkil 5.2. Komponentlərin çıxma ardıcılığı: 1 – diizopropil efiri, 2 – tetrahidrofuran, 3 – izopropil efiri, 4 – toluol.

K-nı təyin etmək üçün suda həll olmuş və çəkilmiş toluol, diizopropil efir və izopropil spirtindən bir neçə süni qarışıqlar hazırlanır.

Qarışıqlar analiz olunub aşağıdakı düstur ilə hesablanır:

$$K = \frac{C_1 \cdot A_{CT}}{C_{CT} \cdot A_1}$$

Ayrı-ayrı komponentlər üçün K-nın orta qiyməti hesablanır.

Burada:

C_1 - qarışığa daxil olan daxili standartın (tetrahidrofuranın) miqdarı, mq;

A_1 - təyin olunan komponentin pikin sahəsi, mm^2 ;

A_{CT} - tetrahidrofuran pikinin sahəsi, mm^2 ;

C_T - hazırlanmış daxili standart (tetrahidrofuran), mq.

Hər bir nümunənin 2-3 dəfə analiz edirlər və təyin olunan komponentin qatılığının orta qiymətini tapırlar.

5.89.Çirkab sularında asetonun təyini

5.89.1.Metodun mahiyyəti

Bu metod üsulu analiz olunan su nümunəsindən qovulmuş asetonun daxili standart üsulu ilə xromotoqrafik təyininə əsaslanır.

5.89.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Alovlu ionlaşma detektorlu «Svet -1» xromotoqrafi
- Səthinə kərpiçin çəkisinin 2%-i qədər polietilenqlikol -400 və 17%-i trikrezilfosfat hopdurulmuş diatomit kərpiçi (0,25 ÷ 0,5mm fraksiya) ilə doldurulmuş uzunluğu 1 metr və daxili diametri 4mm olan xromotoqrafik kalonka
- Mikroşipris 0,01ml həcmli
- Elektrolitik hidrogen
- Üzvi qarışıqlardan və sudan təmizlənmiş hava
- Daşıyıcı qaz- helium və ya arqon
- Defleqmatorun uzunluğu 250 mm olan 200 ml həcmli Vürs kolbası
- Libix soyuducusu
- Alonj
- 14,5 mm-li şlifmuftalı həcmi 40 ml olan qəbuledici (kolba)
- Tutqaclı tıxac
- Elektrik peçi
- Qəbuledicini soyutmaq üçün qab
- 500°C-də közərdilmiş şüşə pambıq
- Aseton
- Qovulmuş tetraqidrofuran

5.89.3. Absorbentin hazırlanması

Diatomit kərpiçi çini həvəngdəstədə əzib, ələkdən keçirib, 20-25 ml fraksiyaları yığırlar. Sonra tozdan təmizləmək üçün distillə suyu ilə yuyurlar. Yuyulmuş kərpiç 120°C-də quruducu şkafda qurududan sonra 3 saat ərzində 900°C-də mufel sobasında közərdilir. Hazır kərpic ağzı kip bağlanan şüşə qabda saxlayırlar.

5.89.4. Bərk daşıyıcıya hərəkətsiz mayenin hopdurulması

Uzunluğu 1 metr və daxili diametri 4 mm olan kalonka üçün 15-20 sm³ quru daşıyıcıyı tərizədə çəkilir. Sonra kərpiçin çəkisinin 2% qədər polietilenqlikol və 17%-ə qədər trikrezilfosfat çəkirlər. Çəkilmiş quru daşıyıcıyı çini kasaya boşaldıb silkələməklə üzərinə 60 ml həll olunmuş polietilenqlikol əlavə edirlər. Kasanı su hamamına qoyub silkələməklə asetonun qoxusu tam yox olana qədər qızdırırlar.

Polietilenqlikolla modifikasiya olunmuş kərpiçin üzərinə trikrezilfosfat hopdurulur. Bunun üçün içərisində diatonit kərpic olan

kasaya 60 ml efirdə həll olmuş triresilfosfat əlavə edib, silkələyərək efir tam buxarlanana qədər qızdırırlar. Bu üsulla hazırlanmış daşıyıcı ələyib $0,25 \pm 0,5$ ml fraksiyaları götürürlər.

5.89.5. Kolonkanın doldurulması

Doldurmazdan əvvəl aseton, spirt və ya efirlə yuyurlar, sonra qızdıraraq hava ilə qurudurlar. Daimi eyni sürətlə döyəcləyərək kalonkaya hazırlanmış daşıyıcı doldururlar. Cihazın təlimatında göstərilədiyi kimi kalonkanın hər iki ucunu şüşə pambıqlı tamponla bağlayıb, doldurulmuş kalonkanı xromotoqrafın termostatına bərkidirlər.

Cihazın optimal işləmə şəraiti

Kolonkanın temperaturu – 60°C

Buxarlandırıcının temperaturu – 150°C

Qaz-daşıyıcının sürəti – 34ml/dəq

Daxil olunan nümunənin həcmi – 34ml/dəq

Ölçmə həddi 1:1, 1:3, 1:10 vahid

Giriş müqaviməti 10^7om və 10^9om

5.89.6. Analizin aparılması

Libix soyuducusuna birləşdirilmiş Vüris kolbasına 100 ml təd-
qiq olunan çirkab suyu töküb və onun 25 ml-ni qovub alonj vasitəsi
ilə dəqiq çəkilmiş qəbulediciyə yığırlar. Tərkibində qatı aseton olan
kondensatı buzla soyudulan qəbulediciyə yığırlar.

Qovduqdan sonra qəbuledicinin ağzını tutqaclı tıxacla
bağlayıb, analitik tərəzidə çəkirlər. Sonra şprislə tıxacı deşərək qə-
bulediciyə daxili standart kimi 2-4 damcı tetrahidrofuran (THF)
əlavə edib, yenidən çəkilərək və THF-in çəkisini tapırlar. 0,04 ml
həcmdə nümunəni xromotoqrafın buxarlandırıcısına daxil edirlər.
Xromotoqramda əvvəlcə asetonun piki sonra tetrahidrofuranın piki
çıxır (yazılır).

5.89.7. Hesabat qaydası

Suda olan asetonun miqdarını (mq/l) aşağıdakı düstur ilə he-
sablayırlar:

$$X = \frac{S_a \cdot A \cdot K \cdot 100}{S_T \cdot B}$$

A – THF-in çəkisi, mq;

S_a – aseton pikinin sahəsi, mmm²;

S_T – THF pikinin sahəsi, mmm²;

B – qovulmaq üçün götürülmüş su nümunəsinin həcmi, ml (100);

K – eksperiment nəticəsində aseton üçün tapılan düzəliş əmsah.

Asetonun təyin olunmasının aşağı həddi 0,5 mq/l

5.90. Çirkab və təbii sulara toluol, ksilol, stirol və alfametilstirolun təyini

5.90.1. Metodun mahiyyəti

Bu metod karbohidrogenlərin fenetolla ekstraksiyasına, xromotoqrafik ayrılmasına və daxili standart metodundan istifadəsi ilə miqdarının təyininə əsaslanır.

5.90.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Alovlu ionlaşma ditektoru «Svet» xromotoqrafı
- Uzunluğu 1m, daxili diametri 4mm xromotoqrafik kalonkannın səthi kərpicin çəkisinin 10%-i qədər trietaholanidiatomit kərpiçlə doldurulur.
- 1 mkl həcmli mikroşipris
- Rezin tıxacla bağlanan 20 ml həcmli konusvari kolba
- 10 ml həcmli ölçü kolbası
- 1 ml həcmli pipet
- 2,5l həcmli ayrıcı qıf
- 10 litrlik şüşə qab
- Qovulmuş fenutol
- Toluol
- Ksilol
- Qovulmuş stirol
- Qovulmuş alfa-metilstirol
- N – propilbenzol 2
- Balonda arqon
- Balonda hidrogen

5.90.3. Analizə hazırlıq

İnert bərk daşıyıcı kimi istifadə olunan diatomit kərpicini həvəngdəstədə əzib, ələkdən keçirirlər. Alınan 0,25 ±0,5 mm fraksiyasını tozdan təmizləmək üçün distillə suyu ilə yuyub, 120°C-də qurudurlar və 900°C-də 2-3 saat mufel sobasında közərdirlər. Soyuduqdan sonra səthinə maye faza hopdururlar.

20 sm³ diatomit kərpicini çini kasaya töküüb qarışdıraraq üzərinə kərpicin çəkisininin 10%-nə qədər götürülmüş 80 ml asetonda həll olunmuş trietanolaminin trisianetil efiri əlavə edirlər.

Kasanı su hamamına qoyub asetonu qoxusu yox olana qədər qovurlar. Hazırlanmış daşıyıcıni 60°C-də 30 dəqiqə quruducu şkafda qurudurlar. Soyuduqdan sonra ələkdən keçirib 0,25±0,5 mm ölçülü fraksiyasını yuyulmuş və qurudulmuş xromotoqrafik kolonkaya doldururlar. Kolonkanı xromotoqrafın termostatına yerləşdirirlər.

Cihaz aşağıdakı parametrlərlə işləyir:

1. Kalonkanın temperaturu - 110°C
2. Buxarlaşdırıcının temperaturu - 160°C
3. Qaz daşıyıcının sürəti - 46ml/dəq
4. Daxil olunan nümunənin miqdarı – 2mkl
5. Giriş müqaviməti – 10⁷ və 10⁹ om
6. Şkalanın artırıcısı – 1; 3 və 10

5.90.4. Analizin aparılması

Ayırıcı qıfa 1-2 litr analiz olunan suyu töküüb, üzərinə 8 ml qovulmuş fenetol əlavə edib 7 dəqiqə ərzində möhkəm çalxalayrlar. Təbəqələşdikdən sonra ekstraktı (yuxarı təbəqəni) kolbaya boşaldıb, tıxacla bağlayrlar. Təkrar ekstraksiyanı 4 ml fenetolla aparrırlar; alınan ekstrakt həmin kolbaya boşaldırlar. Üzərinə 0,5ml daxili standart əlavə edirlər. Xromotoqrafın buxarlandırıcısına təxminən 2mkl fenetol ekstraktı daxil edirlər.

5.90.5. Daxili standartın hazırlanması

1 qram n-propilenbenzolu 100ml fenetolda həll edirlər. Alınan məhlulun 0,5ml tərkibində 0,005 qram n-propilbenzol var.

5.90.6. Hesabatın aparılması

Daxili standart metodu ilə xromotoqramaya əsasən suda həll olmuş aromatik karbohidrogenlərinin miqdarını (C_1) mq/l təyin edirlər.

$$C_1 = \frac{A_1 \cdot C_{CT} \cdot 100 \cdot K}{A_{CT} \cdot B}$$

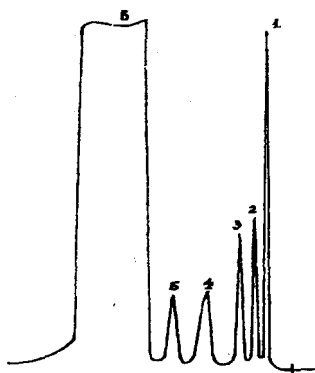
Burada:

- A – təyin olunan karbohidrogenin pikinin sahəsi;
- A_{CT} – daxili standart kimi xromotoqrafa daxil edilən normalpropilbenzolun pikinin sahəsi, mm^2 ;
- C_{CT} – daxili standartın çəkisi;
- B – analiz üçün götürülmüş suyun həcmi, ml;
- K – düzəliş əmsali.

K -nı tapmaq üçün təyin olunan komponentlərdən və daxili standartdan süni kalibr qarışığı hazırlayırlar. Düzəliş əmsalını aşağıdakı düstur ilə hesablayırlar:

$$K = \frac{C_1 \cdot A_{CT}}{C_{CT} \cdot A_1}$$

Ayrı-ayrı düzəliş əmsalının orta qiymətini 3, 4 analiz əsasında hesablayırlar.



Şəkil 5.3. Komponentlərin çıxma ardıcılığı: 1 – benzol, 2 – toluol, 3 – etilbenzol, 4 – stiro, 5 – alfa-metilstiro, 6 – fenetol.

5.91. Çirkab sularında dəmir, sink, mis, titan və alüminiumun birgə iştirakı ilə onların təyini

5.91.1. Metodun mahiyyəti

Bu metod ammoniyakla alüminium, dəmir və titan hidroksidlərin çökdürülməsi, onların filtr vasitəsi ilə süzülməsi və sinkin, dəmirin, alüminiumun - trilonometrik, titanın və misin - kalorimetrik üsulla təyin edilməsinə əsaslanır.

5.91.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Fotoelektrokolorimetr FEK - M
- 200, 300 ml həcmli kimyəvi stəkanlar
- Kimyəvi qıflar (\varnothing 6÷8sm)
- Konusvarı kolbalar 250ml
- Pipetlər 1,5 ÷50
- Ölçü silindirli 10, 100ml
- Büret 10ml
- 5% və 20÷25%-li ammoniyak məhlulu
- Xlorid turşusu (sıxlığı 1,4 qram/sm³)
- Sulfat turşusu (sıxlığı 1,84 qram/sm³) və 3N-lı məhlul
- 40%-li kalium hidroksid məhlulu
- 3% -li hidrogen peroksid
- Titan 2-oksidi
- Ammonium sulfat
- 0,05N trilon B. 9,3 qram trilon B-ni suda həll edib, filtirdən keçirib, filtrin həcmi 1 litrə çatdırırlar. Məhlulun faktorunu ammoniyak-bufer məhlulunun iştirakı ilə maqnezium sulfatla təyin edirlər.
- 0,02M dəmir-ammonium zəyinin məhlulu. 9,64 qram zəyi 1,5 ml qatıturşusu ilə (sıxlığı 1,84 qram/sm³) turşulaşdırıb həcmi su ilə 1 litrə çatdırırlar.
- Ammoniyak-bufer məhlulu. 20 qram ammonium xlorid məhlulunu 900 ml suda həll edib üzərinə 100 ml 20÷25%-li ammoniyak məhlulu əlavə edirlər.
- Asetat bufer məhlulu. 275 qram natrium asetatı, 500 ml suda həll edib, 500ml 1n asetat turşusu ilə qarışdırırlar.
- Natrium sulfasalil turşusunun məhlulu. 10 qram sulfasalil turşusu 60ml suda həll edib, üzərinə 35 ml 2n natrium qələvi

məhlulu əlavə edirlər (məhlulun mühiti metiloranja görə turş olmalıdır).

- İzoamil spirti və ya xloroform
- Xromogen göy (indikator). 0,5 qram xromogen göyü 20ml ammoniyak bufer məhlulunda həll edib həcmi distillə suyu ilə 100 ml-ə çatdırırlar.
- Konqo-qırmızı kağızı (indikator)
- Potaşlı sodanın qarışığı (1:1)
- Kalium biosulfat

5.91.3. Analizin aparılması

Közərdilmiş qalıq olan kasaya 5-10 ml xlorid turşusu (1:1 məhlulu) qaynayana kimi plitədə qızdırırlar. Kasanın divarlarında qalan çöküntünü rezin ucluqlu şüşə çubuq ilə yığırlar. Alınan məhlulu stəkana boşaldıb, yenə də kasanı turşu ilə yuyurlar. Cəmi sərf olunan turşunun miqdarı 20-30 ml olmalıdır. Həll etməni əvvəlcə turşu ilə aparırlar, sonra su ilə həcmi 100 ml çatdırırlar. Közərdilmiş qalıq turşuda tam həll olmadıqda, həll olmayan qalığı kağız filtirdən süzüb, filtirlə qarışıq platin tiqelə qoyub, yandırıb, mufel sobasında közərdirlər. Sonra tiqeli soyudub üzərinə 0,5 qram potaşla soda qarışığı (1:1) ya da ki 1 qram kalium (natrium) bisulfat əlavə edib yenə də mufel sobasına qoyurlar.

Tiqeldəki kütlə tam maye halına keçdikdə ərintinin alınma prosesi qurtarmış hesab olunur: potaşla 10 dəqiqədən; kalium bisulfitlə 2-5 dəqiqədən sonra. Alınan ərintini közərdilmiş qalıq kimi xlorid turşusunda həll edib, məhlulu stəkana boşaldırlar. Stəkana 1-2 ml qatı azot turşusu əlavə edib bir neçə dəqiqə qaynadırlar. Sonra stəkana konqorot kağızı alırlar və indikator kağızı qızarana kimi damcı-damcı qatı ammoniyak məhlulunu əlavə edirlər. 2 ml ammoniyak əlavə edib, sobada qaynayana kimi qızdırırlar. Alınan çöküntü məhlulu kağız filtirdən keçirib, filtratı konusvarı kolbaya süzürlər. Çöküntünü 5-6 dəfə və hər dəfə 15-20 ml həcmli isti su ilə yuyurlar.

Filtratda - sinki və misi, çöküntüdə isə – alüminiumu, dəmiri və titanı təyin edirlər.

5.91.4. Filtiratın analizi.

Sinkin təyini

Filtirat olan kolbaya 5 ml natrium dietilditiokarbonat məhlulu, 10 ml bufer məhlulu və bir neçə xromogen göyün kristallarını əlavə edirlər. Kolbadakını rəngi tündqırmızıdan göy rəngə keçənə kimi 0,05N trilon B məhlulu ilə titrləyirlər.

Nümunədə sinkin miqdarını (X) mq/l aşağıdakı düstur ilə hesablayırlar.

$$X = \frac{a \cdot K \cdot 1,635}{V}$$

Burada:

a - titrləməyə sərf olunan 0,05 N trilon B məhlulu miqdarı, ml;

K - trilon B məhlulunun konsentrasiyasını dəqiq 0,05 N gətirən əmsal;

1,635 - 1ml 0,05N trilon B məhluluna ekvivalent olan sinkin miqdarı;

V - analiz üçün götürülmüş çirkab suyun miqdarı

Qeyd. Natriumdietilditiokarbonatı əlavə etdikdə alınan sarı rəng onu göstərir ki, suyun tərkibində mis var. Misi izoamil spirti vasitəsi ilə kənarlaşdırırlar.

Misin təyini

Filtiratı 350 ml həcmli ayırıcı qıfa boşaldıb üzərinə 10 ml qatı azot turşusu əlavə edib, qarışdırırlar. Zəif qoxu əmələ gələnə kimi 10%-li ammoniyak məhlulu ilə neytrallaşdırırlar. Sonra qıfa 5 ml natriumdietilditiokarbonat əlavə edib qarışdırırlar. Məhlulun tərkibində mis olduqda onun rəngi saralır. Rəng saraldıqda qıfa 30ml izoamil spirti əlavə edib 3-4 dəqiqə qarışdırıb təbəqələşməyə qoyurlar. Sonra aşağıdakı təbəqəni konusvari kolbaya süzüb, gələcəkdə sinkin təyini üçün istifadə edirlər, yuxarıdakı rəngli təbəqəni isə quru kağız filtirdən 50 ml həcmli kolbaya süzülür. Rəng çox intensiv olduqda izoamil spirti ilə ekstraksiyanı təkrar edirlər. Ekstraksiya üçün 15-20 ml izoamil spirti götürürlər. Alınan ekstraktı ölçü kolbasına boşaldıb, izoamil spirti ilə həcmi 50 ml-ə çatdırıb qarışdırırlar və qalınlığı 30 ml olan küvetə töküb, göy filtirli fotokalorimetrlərdə optiki sıxlığı ölçürlər. Müqaisə küvetinə izoamil spirti tökülür. Tapı-

lan optik sıxlığı və kalibr qrafikinə əsasən analiz olunan nümunədə misin miqdarını təyin edirlər.

Misin miqdarını aşağıdakı düsturla hesablayırlar

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

Burada :

X – misin miqdarı, mq/l;

a – qrafikə əsasən tapılan misin miqdarı, mq;

V - analiz üçün götürülmüş çirkab suyun həcmi, m;

5.91.5.Dərəcəli qrafikinin qurulması

Qrafiki standart məhlulun köməyi ilə qururlar. Standart məhlulu 1 l həcmli ölçü kolbasında 0,3928 qram mis sulfatın ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) suda həlli ilə hazırlayırlar.

Kalorimetrləmənin aparılması üçün standart məhlulu 10 dəfə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1ml-i tərkibində misin miqdarı 0,01 mq-dır. Ayırıcı qıfa 150-200ml distillə suyu töküb, mikroburet vasitəsi ilə 1; 2; 3 və s. ml misin miqdarı 0,01 mq/ml olan məhlulu əlavə edirlər. Sonrakı mərhələləri yuxarıda göstərilən kimi aparırlar. Alınan nəticələrə görə dərəcəli qrafiki qurulur: ordinat oxunda – optiki sıxlığı, absis oxunda isə – analiz üçün götürülmüş nümunədə misin miqdarını qeyd edirlər.

5.91.6.Çöküntünün analizi

Çöküntü ilə birgə filtiri hidrosidlərin çökməsi aparılan stəkana qoyub, 40 ml 3n sulfat turşusu əlavə edib, çöküntü tam həll olunana qədər qızdırırlar.

İsti məhlulu 100 ml həcmli ölçü kolbasına süzüb, filtiri isti su ilə yuyurlar. Kolbadakı məhlulu soyudub distillə suyu ilə 100 ml çatdırıb qarışdırırlar.

5.91.6.1.Dəmirin və alüminiumun təyini

Dəmirin təyini

Konusvarı kolbaya alınan məhlulun 50 ml-ni töküb içinə konqort kağızı qoyub kağız qızarana kimi damcı-damcı 40%-li kaliumun qələvi məhlulunu əlavə edirlər. Sonra 10 ml 1n xlorid

turşusu məhlulu əlavə edib, 60-70°C-ə qədər qızdırıb, 1 ml natrium sulfasalil əlavə edirlər. Dəmir olduqda məhlul tünd qırmızı rəng alır. Rəngli məhlulu rəng itənə kimi trilon B məhlulu ilə titrləyirlər.

Nümunədə dəmirin miqdarı (X) mq/l aşağıdakı düstur ilə hesablanır.

$$X = \frac{a \cdot K \cdot 1.4 \cdot 2 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- a* – titrləməyə sərf olunan trilon B məhlulunun həcmi, ml;
K – trilon B məhlulunun qatılığı dəqiq 0,05 N gətirən düzəliş əmsalı;
 1,4 – 1ml 0,05N trilon B məhluluna ekvivalent olan dəmirin miqdarı;
V – analiz üçün götürülən çirkab suyun həcmi.

Alüminiumun təyini

Dəmiri təyin etdikdən sonra kolbanın içindəki məhlulu 5 dəqiqə qaynadırlar. Alüminiumun miqdarından asılı olaraq isti məhlulun üzərinə 5-10 ml trilon B məhlulu əlavə edib, yenidən 5 dəqiqə qaynadıb konqorot kağızının iştirakı ilə kağız qızarana qədər 5%-li ammoniyak məhlulu əlavə edirlər. 10 ml 2 nömrəli bufer məhlulu əlavə edib, soyudurlar və narıncı rəng alınana qədər dəmir ammonium məhlulu ilə titrləyirlər. Eyni zamanda trilon B məhlulu ilə dəmir ammonium zəyin məhlulunun nisbətini təyin edirlər. Bunun üçün konusvari kolbalara 1; 3; 5 ml trilon B məhlulu töküüb, həcmi distillə suyu ilə 100 ml-ə çatdırırlar. 5 ml 2 nömrəli bufer məhlulu və 1ml natrium sulfosalil əlavə edib, alınan məhlulu dəmir ammonium zəyinin məhlulu ilə narıncı rəng alınana qədər titrləyirlər.

Nümunədə alüminiumun miqdarını (X) mq/l aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{(b - a \cdot k) \cdot K \cdot 0,675 \cdot 2 \cdot 1000}{V}$$

- b* – analiz üçün götürülmüş 0,05N trilon B məhlulunun miqdarı, ml;
a – nümunənin titrləməsinə sərf olunan dəmirammonium zəyi məhlulunun miqdarı, ml;
k – 1ml dəmirammonium zəyi məhluluna uyğun olan trilon B məhlulu;
K – trilon B məhlulunun qatılığını dəqiq 0,05 n gətirmək üçün düzəliş əmsalı;
 0,675 – 1ml 0,05N trilon B məhluluna ekvivalent olan alüminiumun miqdarı,

mq;
V – analiz üçün götürülən, suyun həcmi, ml.

Titanın təyini

Alüminium və dəmirin təyinindən sonra 50ml-lik ölçü kolbasında qalan metalların sulfat turşusunda məhlulunun üzərinə 5 ml 3%-li hidrogen piroksid məhlulu əlavə edib, həcmi 50 ml-ə çatdırıb qarışdırırlar və 30 mm qalınlığı küvetdə göy rəngli filtirlə fotoelektrikalorimetrdə optiki sıxlığını təyin edirlər.

Tapılan optik sıxlıqlar və dərəcəli qrafikə əsasən nümunənin tərkibindəki titanın miqdarı (*mq*) təyin olunur və sonra 1 litr çirkab suyunda aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$X = \frac{a \cdot 2 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

x – titanın miqdarı, *mq/l*; *a* – dərəcəli qrafikdən tapılan titanın miqdarı, *mq*;

V – analiz üçün götürülmüş çirkab suyun miqdarı, ml.

5.91.7. Dərəcəli qrafikin qurulması

Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün standart məhlul hazırlayırlar. 100 ml həcmli ölçü kolbasında 0,1 qram titan 2-oksidi, 5,6 qram ammonium sulfatı və 25-20 ml qatı sulfat turşusunu (1,849 q/sm³) qarışdırırlar. Qarışığı titan 2-oksidi tam həll olunana qədər plitədə qızdırırlar, soyudurlar və distillə suyu ilə həcmi 100 ml-ə çatdırırlar. 100 ml həcmli ölçü kolbalarına 20-30 ml distillə suyu töküüb, üzərinə 1; 2; 3 və s. ml standart məhlulu, 20 ml 3 n sulfat turşusu məhlulu və 5 ml 3% hidrogen peroksidi məhlulu əlavə edib həcmi 100 çatdırıb, qarışdırırlar və 30 mm qalınlıqda küvetdə göy rəngli filtirlə kolorimetrləyirlər.

Müqaisə küvetinə distillə suyu tökürlər. Tapılan optiki sıxlıqlara görə dərəcəli qrafik qurulur. Ordinat oxunda optik sıxlıqlar, abis oxunda isə titanın miqdarı (*mq/l*) qeyd olunur.

5.92. Qətran və yağ turşularının birgə təyini

5.92.1. Üsulun mahiyyəti

Qətran və yağlı turşularının cəminin təyini onların üzvi həlledicilərlə (efir, xloroform) çirkab sulardan çıxarılıb, birbaşa qələvi ilə titrlənməsinə əsaslanır.

5.92.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Ayırıcı qıflar 250 - 300 ml
- Pipetlər
- Silindirlər
- Kip tıxaclı kolbalar 250 ml
- Etil efiri
- Xlorid turşusu
- Natrium qələvisi 0,5n məhlul
- Metiloranj 1%-li məhlul
- Fenoltalein 1%-li spirtli məhlul
- Etil spirti, rektifikat

5.92.3. Analizin gedişi

250-300 ml həcmli ayırıcı qıfa 100 ml çirkab suyu daxil edirlər və metiloranja görə rəngi sarıdan qırmızıya keçənə kimi damcı-damcı xlorid turşusu əlavə edirlər. 25 ml doymuş natrium xlorid məhlulu və 25 ml efir əlavə edib qətran və yağlı turşuların ekstraksiyası üçün 3 dəqiqə saxlayırlar. Efir ekstraktını başqa ayırıcı qıfa boşaldıb, 25 ml efirlə qalan su təbəqəsini təkrar ekstraksiya edirlər. Ayırıcı qıfa birləşdirilmiş efir ekstraktlarını metiloranja görə neytral reaksiyaya qədər natrium xloridin doymuş məhlulu ilə yuyurlar. Neytrallaşdırılmış ekstraktı kip tıxaclı konusvarı kolbaya daxil edib, 25 ml spirt və 10 damcı fenoltalein əlavə edib 1 dəqiqə ərzində dayanıqlı çəhrayı rəng alınana kimi 0,05n natrium qələvisi məhlulu ilə titrləyirlər.

Titrləmənin axırında nümunəni intensiv saxlayırlar. Titrləməni mikrobüret ilə aparırlar. Paralel olaraq 100 ml distillə suyu ilə kontrol (xolostoy) təcrübə aparılır.

5.92.4. Hesablama qaydaları

Kanifola görə qətran və yağlı turşularının miqdarını aşağıdakı düsturla hesablayırlar

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0,0151 \cdot 0,01075 \cdot 1000}{100}$$

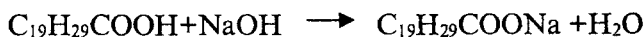
Burada:

- V - nümunənin titrləməsinə sərf olunan qələvi məhlulunun həcmi, ml;
 V_1 - kontrol təcrübəyə sərf olunan qələvi məhlulunun həcmi, ml;
 K - qələvi məhlulunun qatılığını dəqiq 0,05 n Na qətran düzəliş əmsali
100 - nümunənin həcmi, ml;
0,0151 - 1 ml 0,05n natrium qələvisinə ekvivalent olan qətran turşuların (abiyetin turşusuna görə) miqdarı, q;
0,01075 - 1ml 0,05 n natrium qələvisinə ekvivalent olan yağ turşularının (fraksiya $C_{10}-C_{18}$) miqdarı, q.

5.93.Çirkab sularında qətran turşularının təyini

5.93.1.Üsulun mahiyyəti

Bu metod qətran turşularının xloroformla çıxardılmasına və alınan məhlulun natrium qələvisi ilə sonrakı titrləməsinə əsaslanır.



5.93.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Ölçü silindirləri, həcmi 10, 25, 100
- Ayırıcı qıf həcmi 250ml
- Konusvari kolba 250ml
- Xloroform
- Sirkə turşusu, 10%-li məhlul
- Natrium xlorid, doymuş məhlul
- Barium xlorid, 10%-li məhlul
- Etil spirti, hidrolizli
- Natrium qələvisi 0,1N məhlulu

- İndikatorlar 0,1%-li metiloranj məhlulu və 1%-li fenolftalein məhlulu

5.93.3. Analizin gedişi

100 ml analiz olunan sudan 250 ml konusvarı kolbaya daxil edib, üzərinə 25 ml 10%-li barium xlorid məhlulu əlavə edib, qaynara çatdırıb otaq temperaturuna qədər soyudurlar. Nümunəni süzürlər və 10-20 ml distillə suyu ilə yuyub çöküntü olan filtirə boşaldırlar, filtirəni sonrakı təyin üçün saxlayırlar, filtirli qıfı isə başqa kolbaya yerləşdirirlər və filtirdə olan çöküntünü 25 ml 0,1N xlorid turşusu məhlulu ilə yuyurlar və neytral mühit alınana qədər distillə suyu ilə yuyurlar, yuduqdan sonra filtirəni atırlar, çöküntü ilə olan filtirəni birinci süzmədə alınan filtirəyə daxil edirlər və metiloranja görə damcı-damcı sirkə turşusunu əlavə etməklə çəhrayı rəngə qədər məhlulu turşulaşdırırlar.

25 ml natrium xloridin doymuş məhlulunu əlavə edib, filtir tam açıq vəziyyətə düşənə kimi yaxşıca qarışdırırlar. Kolbadakı məhlulu ayırıcı qıfa keçirirlər, filtiri 2 dəfə 20 ml distillə suyu ilə yuyurlar və ayırıcı qıfa boşaldırlar. Sonra ayırıcı qıfa 25 ml xloroform daxil edirlər və 3 dəqiqə ərzində çalxalayır, qoyurlar durulaşır, sonra alt təbəqəni titrləmək üçün konusvarı kolbaya boşaldırlar. Ekstraksiyanı 25 ml xloroformla 2 dəfə təkrar edirlər. Yiğilmiş üç paya 50 ml etil spirti və 10-12 damcı fenolftalein əlavə edib, intensiv qarışdıraraq bir dəqiqə ərzində itməyən çəhrayı rəng alana kimi qarışığı 0,1 N natrium qələvisi məhlulu ilə titrləyirlər. Paralel olaraq 100 ml distillə suyu ilə kontrol təcrübə aparılır.

5.93.4. Hesablama qaydası

Turşuların miqdarını turşusuna görə miqdarını X q/l aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{(a - b) \cdot K \cdot 0.0302 \cdot 1000}{100}$$

Burada:

- a – nümunənin titrləməsinə sərf olunan 0,1 n qələvi məhlulunun miqdarı, ml;
- b – «kontrol» təcrübənin titrləməsinə sərf olunan 0,1n qələvi məhlulunun miqdarı, ml;

- K* – qələvi məhlulunun qatılığını dəqiq 0,1 n-a gətirən düzəliş əmsali.
0,0302 – 1 ml 0,1n qələvi məhluluna uyğun olan abiyetin turşusunun miqdarı, qramm;

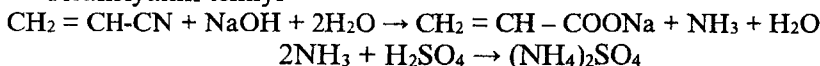
Qeyd: 1 serumun analizində 25-50 ml prob və 75-50ml distillə suyu götürürlər.

5.94. Divinilnitril kauçuk istehsalatının çirkab sularında akril turşusunun nitrilinin təyini

5.94.1. Üsulun mahiyyəti

Metod akril turşusunun nitrilinin qələvi ilə ammonyaka qədər sabunlaşmasına, onun sonrakı qovulmasına və sulfat turşusu ilə udulmasına əsaslanır.

Reaksiyanın tənliyi



5.94.2. Mane olan amillər

Təyinə ammonyak və ammonium duzları mane olur, onların miqdarı ayrı nümunədə təyin olunur və son nəticənin hesabında nəzərə alınır.

5.94.3. Avadanlıq və reaktivlər

- Yümru dibli kolba 500ml
- Damcılayıcı qıf
- Damcı tutan
- Libix soyuducusu
- Allonj
- Natrium qələvisi 25%-li və 0,05n məhlul
- Sulfat turşusu - 0,05n məhlul
- Qarışıq indiqator 0,1%-li metilenli göyün spirtli məhlulunu 0,1%-li metilenli qırmızı məhlulu ilə 1 : 2 nisbətində qarışdırırlar. Məhlul tünd rəngli şüşə qabda saxlanılır.
- Fenolftalein, 1%-li spirt məhlulu

5.94.4. Analizin aparılması

Konusvarı qəbuledici kolbaya büretdən 25 ml 0,05 n sulfat turşusu məhlulu, 25 ml distillə suyu və 5-7 damcı qarışıq indiqator daxil edirlər və kolbanı soyuducunun altına birləşdirəndə alonjun ucunu bir az mayenin içinə salırlar. Akril turşusunun nitrilinin təxmin edilən miqdarından asılı olaraq, distillə kolbasına 30-50 ml çirkab suyu daxil edirlər və kolbadakı həcmi distillə suyu ilə 300 ml-ə çatdırırlar.

Kolbaya məsaməli material daxil edirlər və damcılı qıf və damcıtutan taxılmış tıxacla kip bağlayırlar. Kolbanı damcıtutan vasitəsi ilə soyuducuya birləşdirirlər. Bundan sonra qıf vasitəsi ilə kolbaya 25 ml 25%-li qələvi məhlulu töküb və qarışığı qızdırırlar. Ayrılan ammoniyak qəbuledicidə sulfat turşusu ilə udulur. Kolbanın içindəkinin həcmi əvvəlinci həcmə 2/3 qədər azaldıqda qovulmanı saxlayırlar. Qovulmanın tamlığını yoxlamaq üçün saat şüşəsinə bir neçə damcı qovulan mayedən götürüb, üzərinə bir damcı fenolftalein məhlulu əlavə edirlər. Rəngin olmaması ammoniyakın tamamilə qovulmasını göstərir. Qovmanı qurtardıqdan sonra qəbuledicidəki məhlulun moruğu (tünd qırmızı) rəngin açıq-yaşıl rəngə keçənə kimi 0,5n qələvi məhlulu ilə titrləyirlər. Bununla bərabər yoxlayıcı təcrübə aparırlar. Yoxlayıcı təcrübədə suyu, qələvinə və turşunu tədqiq olunan suyun analizindəki qədər götürürlər.

5.94.5. Hesabat qaydası

Akril turşusunun nitrilinin miqdarını (X) mq/l aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{(a \cdot K - b \cdot K_1) - C \cdot K \cdot 2,65 \cdot 100}{V}$$

Burada:

- a* - qəbuledicidə ammoniyakın udulması üçün götürülmüş 0,05n sulfat turşusu məhlulunun miqdarı, ml;
- K* - sulfat turşusu məhlulunun qalığının dəqiq 0,05n gətirən düzəliş əmsalı;
- b* - tədqiq olunan nümunədə artıq qalan sulfat turşusunun titrləməsinə sərf olunan 0,05n qələvi məhlulunun miqdarı, ml;
- K₁* - qələvi məhlulunun qatılığını dəqiq 0,05n gətirən düzəliş

əmsalı;

V - analiz üçün götürülmüş çirkab suyunun həcmi, ml.

C Amonyakın qatılığı.

2,65 - 1 ml 0,05n sulfat turşusu məhlulunun ekvivalent olan akril turşusunun nitrilinin miqdarı, mq;

5.95 . Çirkab sularında nekalin və leykanolun ayrı-ayrı təyini

5.95.1.Üsulun mahiyyəti

Metod nekalin və leykanolun etil spirtində fərqli həll olunmasına və sonra onların miqdarının spektrofotometrik üsulu ilə təyininə əsaslanır.

5.95.2.Avadanlıq və reaktivlər

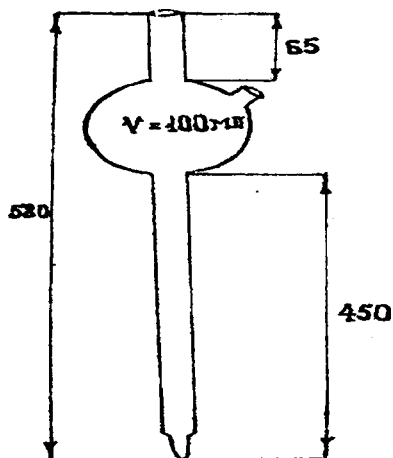
- Spektrofotometr SF -4
- Xromotoqrafik kalonka, uzunluğu 58 sm və diametri 8 mm
- LATR -1
- Üstü örtülü elektri sobası
- Yumru dibli kolbalar 50-100 ml
- Kalonkanı qızdıran sistem
- Çini kasalar 50 ml
- Silindrlər 50 - 100 ml
- Nekal
- Leykanol
- Distillə suyu
- Etil spirti, rektifikat
- Xromotoqrafiya üçün narın alüminium oksidi

5.95.3.Təyinat hazırlıq

Bərk daşıyıcı kimi istifadə olunan alüminium oksidi, tozdan azad etmək üçün, distillə suyu ilə yuyurlar, 120-150°C-də quruducu şkafta qurudub, 350°C-də 3 saat müddətində mufel sobasında kö-zərdirlər. Hazır daşıyıcını kip bağlı qabda saxlayırlar.

5.95.4. Analizin aparılması

50-100 ml (nekalın və leykanolun miqdarından asılı olaraq) çirkab suyunu yumru dibli kolbada həcmi 5-10 ml çatana kimi elektrik sobasında buxarlandırılıb çini kasada olan alüminium oksidin (0,2-0,4 q) üzərinə boşaldırlar. Kolbanı 2-3 dəfə 3ml distillə suyu ilə yaxalayıb, kasaya boşaldırlar. Nümunəni quruyana qədər buxarlandırırlar və əvvəlcədən alüminium oksidlə doldurulmuş (qat 1sm) xromotoqrafik kolonkaya keçirirlər; çini kasanı 2-3 dəfə 3 ml etil spirti ilə yuyub, ehtiyatla xromotoqrafik kolonkada olan Al_2O_3 -ün layına boşaldırlar (şəkil 5.4.)



Şəkil 5.4.

Kolonka 50 mm diametrli şüşə borudan hazırlanmış köynək, Köynəyin aşağı hissəsinə sistemi qızdırmaq üçün iki elektrodan ibarətdir. Köynəyin yuxarı hissəsində ilanvarı soyuducu yerləşdirilib. Köynəyin aşağı hissəsinə 100-150 ml etil spirti tökülür. Etil spirtinin buxarlanması və buxarların kondensasiyası hesabına sistemdə $78^{\circ}C$ temperatur sabit saxlanılır.

Nekalı kolonkadan etil spirti (çirkab suda nekalın miqdarından asılı olaraq 50-75 ml), leykanolu isə distillə suyu ilə (50-75 ml 3ml/dəq sürətlə) ilə yuyub çıxarırlar.

5.95.5. *Nekalın və leykanolun miqdarının təyini*

Nekalın və leykanolun spirtdə və suda miqdarını spektrofotometrik üsullu ilə təyin edirlər. UF oblastında dalğaların uzunluğu 289 və 285 nm uyğun olaraq, nekalın və leykanolun udma spektrindən istifadə olunur. Bu dalğa uzunluqlarında $0,0005 \div 0,03$ mq/ml qatılıqlarda optik sıxlığının qatılıqdan düz xətti asılılığı müşahidə olunur, yəni Lambert-Ber qanuna riayət olunur. Nekalın və leykanolun qatılıqları qrafika əsasən tapılır.

5.95.6. *Dərəcəli qrafiklərinin qurulması.*

100 ml-lik ölçü kolbalarında nekalın spirtdə və leykanolun distillə suyunda müəyyən olunmuş ($0,0005$ -dən - $0,03$ mq/ml-ə qədər) məhlullar hazırlanır. Hazırlanmış $0,005$ mq/ml qədər olan məhlulları qalınlığı 3 sm olan kvars küvetlərdə ölçülər, yuxarı qatılıqlarda isə qalınlığı 1sm olan küvetlərdən istifadə edirlər.

Yoxlama küveti eyni qalınlıqda olmaqla nekal üçün spirtlə, leykanol üçün isə distillə suyu doldurulur. Kvarslı spektrofotometrə nekal üçün 285 nm dalğanın uzunluğunda qatılığı məlum olan nekalın və leykanol məhlullarının optiki sıxlıqları ölçülür. Alınan qiymətlərə əsasən qrafik qurulur, absis oxunda məhlulun qatılığı – nekalın spirtdə (mq/ml) ya leykanolun suda (mq/ml) –, ordinat oxunda isə onlara uyğun optik sıxlıqlar qeyd olunur.

Qrafiklər optiki sıxlığın qatılıqdan düz xətti asılılığını göstərir.

5.95.7. *Naməlum konsentrasiyaların tapılması*

Kolonkadan yuyulmuş nekalın spirtdə və leykanolun suda məhlullarını qatılığı az olduqda 1sm qalınlıqlı küvetə tökürlər.

Müqayisəli eyni qalınlıqlı küvetlər isə uyğun olan həlledicilərlə doldurulur, leykanolun 285 nm və nekalın 289 nm-da optiki sıxlıqları ölçülür. Optiki sıxlıqların ölçülmüş qiymətlərinə əsasən qrafikdən kolonkadan yuyulmuş nekalın və leykanolun qatılığını tapırlar.

Çirkab sularında leykanolun və nekalın qatılığını aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = \frac{C \cdot a \cdot 100}{b}$$

Burada:

X - çirkab sularında nekalın və leykanolun qatılığı

- C* - dərəcələnmə qrafikinə görə tapılan nekalın və lükanolun qatılığı, mq/ml;
- B* - analiz üçün götürülmüş çirkab suyun həcmi, ml;
- A* - nekalın və leykanolun yuyulması üçün sərf olunmuş spirtin ya da distillə suyun həcmi, ml

5.96. Divinilnitril kauçukları istehsalatının çirkab sularında spektrofotometrik üsulu ilə nekalın təyini

5.96.1. Üsulun mahiyyəti

Üsul dibutilnaftalinsulfoturşulu natriumun maksimal udulmasına uyğun olan dalğa uzunluğunda nekalın su məhlulunun optiki sıxlığının ölçülməsinə əsaslanır.

5.96.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Spektrofotometr (SF-4A ya SF-4)
- Ölçü kolbası 50 ml
- Dərəcələrə bölünmüş pipet (5 ml, 2 ml, 1ml)
- Butil spirti ilə Təmizlənmiş quru nekal.

5.96.3. Dərəcəli qrafikin qurulması

Qatılığı dəqiq olan nekal məhlulundan istifadə etməklə, qatılığın optiki sıxlıqdan asılılığının qrafikini qururlar. Əsas standart məhlulunun hazırlanması üçün əvvəlcədən butil spirtin ekstraksiyası vasitəsi ilə mineral duzlardan təmizlənmiş, quru nekaldan istifadə olunur. Əsas standart məhlulunun nekalın miqdarı 1q/l olmalıdır.

Əsas standart məhlulunun durulaşdırılması yolu ilə nekalın qatılığı 10 mq/l; 20 mq/l; 30 mq/l və sairə. 100 mq/l-ə qədər standart məhlullar seriyası hazırlanır. Tədqiq olunan məhlulların spektrofotometrde ölçülərini apararkən optiki sıxlığın 0,05-1 intervalında olması arzu olunandır.

Alınan məhlulların optiki-sıxlığı 285 nm-də təbəqənin qalınlığı 0,5 sm olan kvarts küvetdə ölçülür. Müqaisə küvetində distillə suyu ölçülür. Alınan optiki sıxlığın qiymətlərinə əsasən onun qatılıqdan asılılıq qrafiki qurulur.

5.96.4. Təyinin aparılması

İşçi küvetinə tədqiq olunan çirkab suyu nümunəsini tökürlər. Çirkab suyunda nekalın miqdarı 100 mq/l-ə qədər olduqda, nümunəni durulaşdırmırlar.

Müqaisə küvetinə isə çirkab suyunun tərkibində olan nekaldan başqa bütün komponentləri daxil edirlər.

Analiz müddəti 15-20 dəqiqədir.

5.97. SKMS -10S, SKN -40S, SK-18S, SKS-30 ARKM-15, SKS-30S kauçuk istehsalatlarının çirkab sularında leykanolun spektrofotometrik təyini

5.97.1. Üsulun mahiyyəti

Metod leykanolun ultrabənövşəyi sahədə udulma spektrinin verilmə qabiliyyətinə əsaslanır.

5.97.2. Mane olan təsirlər

Leykanolun təyininə kanifol mane olur. Kanifolu təyin etmək üçün nümunəni dietil efiri ilə ekstraksiya edirlər. Dietil efininin suda həll olmasını azaltmaq üçün natrium xlorid əlavə edirlər.

5.97.3. Avadanlıq və reaktivlər

- Spektrofotometr
- Ayırıcı qıf - 50 ml
- Pipet - 10 ml
- Silindr - 10 ml
- Ölçü kolbası 25 ml
- Damcılayıcı
- 105°C-də sabit çəkiyə gətirilmiş texniki leykanol
- Dietilefiri, tibbi
- Qatı xlorid turşusu
- Natrium qələvisi 10%-li məhlul
- Natrium xlorid
- Universal indiqator kağızı

5.97.4. Təyinatın aparılması

25 ml süzölmüş çirkab suyunun üzərinə universal indiqator kağızına görə pH 2-ə çatana kimi damcı ilə qatı xlorid turşusu əlavə edib, dietilditiokarbonatın parçalanması üçün 2 dəqiqə elektrik sobada qaynadırlar. Soyudulmuş məhlulu ölçü kolbasında həcmi distillə suyu ilə 25 ml çatdırırlar. Kolbanın içindəkini universal kağızın pH=4 olana qədər 10%-li natrium qələvisi məhlulu ilə neytrallaşdırırlar. Qurudulmuş ayırıcı qıf 10 ml neytrallaşmış nümunə daxil edib üzərinə 1 qram natrium xlorid, 10 ml dietil efiri əlavə edib 2 dəqiqə saxlayırlar. Aşağıdakı təbəqəni boşaldıb onun optik sıxlığını spektrofotometrə 278 nm dalğa uzunluğunda təyin edirlər.

Müqaisə küvetinə distillə suyu tökürlər, ölçü üçün təbəqə qalınlığı 1 sm olan küvetlərdən istifadə olunur. Dərəcələnmə qrafikinə görə çirkab sularında leykanolun qatılığını tapırlar.

5.97.5. Dərəcələnmə qrafikinə qurulması

Qatılığı 5, 10, 15, 20, 25, 50 mq/l olan leykanolun sulu məhlullarının optiki sıxlığı təbəqənin qalınlığı 1 sm olan küvetlərdə və 278 nm dalğa uzunluğunda ölçülür. Müqaisə küvetinə distillə suyu tökürlər. Alınan qiymətlərə görə dərəcələnmə qrafiki qururlar, absis oxunda məhlulların qatılığını, ordinat oxunda isə onlara uyğun olan optiki sıxlıqları qeyd edirlər.

Üsulun həssaslığı 2 mq/l

Analiz müddəti 30 dəqiqə

5.98. SKN-18S, SKN-26S, SKN-40S butilakrilat kauçuk istehsalatının çirkab sularında natrium alkilsulfatın təyini

5.98.1. Üsulun mahiyyəti

Metod xlorid turşulu mühitdə natrium alkilsulfonatın metilen göylə birləşməsi nəticəsində göy rəngin alınmasına əsaslanır.

Çirkab sularında rəngin intensivliyi natrium alkilsulfonatın miqdarı ilə düz mütənəsbdir.

5.98.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Fotokalorimetr FEKN-57
- Ayırıcı qıf - 150 ml

- Silindrlər - 25 ml
- Pipetlər - 25 ml
- Damcılayıcı
- Ölçü kolbaları 1,2,5,10 ml
- Natrium xloriddən təmizlənmiş texniki natrium alkilsulfonat
- Xloroform
- Metilenli göy 1%-li su məhlulu
- Xlorid turşusu, qatı

5.98.3.Təyinə hazırlıq

5.98.3.1.Dərəcəli qrafikin qurulması

150 ml həcmli ayırıcı qıfa ardıcıl olaraq 1,2,4,6,10,12 ml 10mq/l qatılıqlı natrium alkilsulfonatın sulu məhlulunu daxil edib, üzərinə 20ml distillə suyu əlavə edirlər.5 damcı qatı xlorid turşusu, 1ml 1%-li metilenli göyün sulu məhlulunu və 20 ml xloroform əlavə edirlər. Nümunəni 1 dəqiqə saxlayıb, durulaşana qədər gözləyirlər. Alınan xloroform təbəqəsini başqa ayırıcı qıfa boşaldırlar. Qalan suyu təkrar 20 ml xloroformla ekstraksiya edib 1 dəqiqə saxlayırlar.

Xloroform ekstraksiyalarının ikisini də birləşdirirlər, 20 ml distillə suyu, 3 damcı qatı xlorid turşusu əlavə edib 1 dəqiqə çalxalayirlar. Xloroform təbəqəsi ayrıldıqdan sonra, onu 50ml həcmli ölçü kolbasında titrləyirlər, filtiri xloroformun kiçik porsiyaları ilə yuyurlar və kolbadakı məhlulun həcmi xloroformla 50 ml-ə çatdırirlar. Alınan məhlulunun optiki sıxlığını FEKN-57 tipli fotoelektrokolorimetrdə təyin edirlər.

Müqaisəli nümunəni yuxarıda göstərilən kimi hazırlayırlar, lakin 20 ml distillə suyu götürürlər. Hesablamaları sol barabana görə aparırlar. Alınan qiymətlər əsasında dərəcəli qrafik qururlar, absis oxunda analizə götürülən natrium alkilsulfonatın miqdarını (mq), ordinat oxunda isə uyğun olan optiki sıxlıqları qeyd edirlər.

5.98.3.2.Analizin aparılması

150 ml həcmli ayırıcı qıfa, natrium alkilsulfonatın miqdarından asılı olaraq, 20 ml-ə qədər nümunə daxil edirlər və analizi yuxarıda göstərilən kimi davam etdirirlər.

Çirkab suyunda natrium alkilsulfonatın qatılığını aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{a \cdot 100}{V}$$

Burada:

X – çirkab suyunda natrium alkilsulfonatın miqdarı, mq/l;

a – dərəcəli qrafikə görə tapılmış natrium alkilsulfonatın miqdarı, mq;

V – analiz üçün götürülmüş çirkab suyunun həcmi, ml.

MÜNDƏRİCAT

Giriş	3
Fəsil 1. Analitik kimyanın metodları	11
1.1. Müasir analitik kimyanın vəzifələri	12
1.2. Kimyəvi analiz metodları	13
1.3. Fiziki analiz metodları	22
1.4. Analiz metodunun seçilməsi	26
Fəsil 2. Homogen sistemdə kimyəvi tarazlıq	27
2.1. Kütlələrin təsiri qanunu	27
2.2. Kütlələrin təsiri qanununun tətbiqinə aid misallar	35
Fəsil 3. Analiz nəticələrinin düzgünlüyü və statistik təhlili	42
3.1. Nümunənin götürülməsi	42
3.2. Analizin müxtəlif mərhələlərində buraxıla bilən xətalər	43
3.3. Analizin düzgünlüyü	45
3.4. Analizin nəticələrinin statistik təhlili	48
Fəsil 4. Məhlulların qatılığı və miqdarı analizdə hesablanması	59
4.1. Ümumi məlumat	59
4.2. Taitrimetrik analizdə hesabat	60
4.3. Qravimetrik analizdə hesabat	65
Fəsil 5. Müxtəlif təyinlər üzrə metodika	67
5.1. Suda silisium turşularının fotokolorimetrik üsulla təyini üzrə metodika	67
5.2. Suda natriumun təyini üzrə metodika	73
5.3. Suda neft məhsullarının təyini üzrə metodika	76
5.4. Suyun ümumi codluğunun təyini üzrə metodika	80
5.5. Suda ammonyaklı azotun təyini üzrə metodika	87
5.6. Suda misin fotokolorimetrik təyini üzrə metodika	90
5.7. Suda dəmir fotokolorimetrik üsulla təyini	98
5.8. Suda fisfatların fotokolorimetrik üsulla təyini üzrə metodika	108
5.9. Həll olmayan fosfat çöküntüsü iştirak edən suda fosfatların təyini	111
5.10. Suda hidrazinin fotokolorimetrik üsulla təyini üzrə metodika	112
5.11. Distillə suyunun alınması üzrə metodika	116
5.12. Suda nitritlərin fotokolorimetrik üsulla təyini üzrə metodika	121
5.13. Suda xlor ionlarının fotokolorimetrik üsulla təyini üzrə metodika	125
5.14. Suyun qələvliliyinin təyin edilməsi üzrə metodika	127
5.15. Suyun oksidləşməsinin təyin edilməsi üzrə metodika	129
5.16. Sudakı quru və közərdilmiş qalığın təyin edilməsi metodikasası	132
5.17. Suda sulfatların təyin edilməsi üzrə metodika	134

5.18. Suda sulfidlərin təyin edilməsi üzrə metodika	137
5.19. Suda nitratların fotokolorimetrik metodla təyin edilməsi üzrə metodika	138
5.20. Suda asılqan halında olan maddələrin təyin edilməsi üzrə metodika	145
5.21. Suyun xüsusi elektrikkeçiriciliyinin təyin edilməsi üzrə metodika	147
5.22. Su və buxarın tərkibində dəmirin təyin edilməsi üzrə metodika	152
5.23. Su və buxar axınlarında xloridlərin təyini üzrə metodika	155
5.24. pH - hidrogen göstəricisinin təyin edilməsi üzrə metodika	157
5.25. Etilen-propilen istehsalında benzinin pirolizi prosesində qarışdırıcı buxarın alınması xəttində su və buxar axınlarında natriumun təyin edilməsi üzrə metodika	159
5.26. Suda sərbəst karbon 2-oksidin təyini üzrə metodika	162
5.27. Etilen-propilen istehsalında durulaşdırıcı buxarın alınması xəttində su və buxar axınlarında ammoniyakdakı azotun təyini metodikasını	165
5.28. Suyun şəffaflığının təyin edilməsi üzrə metodika	171
5.29. Etilen-Propilen qurğusunun durulaşdırıcı buxarın alınması xəttində su və buxar axınlarında karbon 4 xloridlə ekstraksiya edilən maddələrin təyin edilməsi metodikasını	172
5.30. Suda həll olmuş oksigenin təyin edilməsi üzrə metodika	175
5.31. H-kationitdən keçirilmiş suyun tursuluğunun təyini üzrə metodika	179
5.32. EP-300 qurğusunun durulaşdırıcı buxarın alınması xəttində su və buxar axınlarında qələviliyin təyini metodikasını	181
5.33. Alüminiumun(III) xəzəryanı açıq-qəhvəyi torpaqda fotometrik təyini	184
5.34. Alüminiumun (III) dəniz suyunda fotometrik təyini	185
5.35. Alüminiumun (III) sink əsaslı ərintidə fotometrik təyini	187
5.36. Qalliumun (III) vulkan mənşəli süxurlarda fotometrik təyini	189
5.37. Molibdenin içməli suda fotometrik təyini	190
5.38. Titanın (IV) pirit saxlayan dəyişkən tərkibli dioritdə fotometrik təyini	192
5.39. Kobalt (II)-nin içməli suda fotometrik təyini	194
5.40. Kobalt (II)-nin neftdə fotometrik təyini	195
5.41. Uranın (VI) dövlət standartı SQ-1A -nın tərkibində fotometrik təyini	196
5.42. Skandiumun (III) dağ süxurlarında fotometrik təyini	198
5.43. Skandiumun (III) dəniz suyunda fotometrik təyini	200
5.44. Skandiumun (III) karbonatsilikatlı torpaq nümunələrində (SQXM-3) fotometrik təyini	201
5.45. Skandiumun (III) Xəzəryanı açıq-şabalıdı standart torpaq nümunəsində fotometrik təyini	203

5.46. Dəniz suyunda misin (II) fotometrik təyini	205
5.47. Tullantı suyunda misin (II) fotometrik təyini	207
5.48. Nikel əsaslı ərintidə misin (II) fotometrik təyini	208
5.49. Dəmirin (III) alüminium əsaslı ərintidə fotometrik təyini	210
5.50. Vulkan mənşəli süxur nümunələrində erbiyumun(III) fotometrik təyini	211
5.51. Titanın (IV) dəniz suyunda fotometrik təyini	213
5.52. Vanadiumun(V) mədən torpağında fotometrik təyini	214
5.53. Titanın(IV) mədən torpağında fotometrik təyini	216
5.54. İlk qələvi məhlulunda sıxlığa görə natrium-hidroksidin təyini üsulu	218
5.55. Dövr edən qələvi və sulfidli-qələvili sulara duzların və ümumi, sərbəst, birləşmiş natrium hidroksidin təyini üzrə metodika	220
5.56. İşlənmiş qələvi məhlulunda, ümumi qələvi və işlənmə dərəcəsinin təyin edilməsi üzrə metodika	224
5.57. Dövr edən qələvi və sulfidli-qələvili sulara sulfidlərin təyini üzrə metodika	225
5.58. Dövr edən qələvi və sulfidli-qələvili axınlarda efir və ya xloroformla ekstraksiya edilən üzvi maddələrin təyini üzrə metodika	227
5.59. Dövr edən qələvi və qələvi sulara asılıqan maddələrin təyini üzrə metodika	229
5.60. Yüksək temperaturda qaynayan piroliz məhsullarında mexaniki qarışığın təyinatı üzrə metodika	230
5.61. Yodometrik metodla məhluldakı hidrazininin təyin edilməsi üzrə metodika	232
5.62. Məhlulda sulfat turşusunun qatılığının təyin edilməsi üzrə metodika ..	234
5.63. İlk məhlulda ammoniyakın qatılığının təyin edilməsi üzrə metodika	236
5.64. Sıxılmış karbohidrogenlərdə suyun miqdarının təyin edilməsi üzrə metodika	237
5.65. Şəh nöqtəsinə əsasən inert qazlarda nəmliyin miqdarının təyin edilməsi üzrə metodika	243
5.66. Tüstü qazlarında karbon 4-oksidi (CO ₂), karbon 2-oksidi (CO) və oksigenin (O ₂) təyin edilməsi üçün metodika	247
5.67. Çirək sularında bixromat oksidləşmənin təyin edilməsi üzrə (OKU) metodika	250
5.68. Çirək sularında oksigenin biokimyəvi istehlakının (OBİ-BPK) təyin edilməsi üzrə metodika	253
5.69. Havada hidrogen-sulfidin təyin edilməsi üzrə metodika	259
5.70. Kükürlü-qələvili çirək sularından yaranan qaz fazada yüngül karbohidrogenlərin xromatografik təyin edilməsi üzrə metodika	263

5.71. Çirkab sularında fenolların təyin edilməsi üzrə metodika	266
5.72. Suda sərbəst karbon turşusunun təyini	269
5.73. Sərbəst və birləşmiş xlorun təyini	272
5.74. Ceyran-Batan suyunda həll olan silikatların kalorimetrik təyini	274
5.75. Çirkab sularında sintetik yuyucu maddələrin sulfanolun, nekalinin təyini	276
5.76. Suyun tərkibində akrilonitrilin təyini	278
5.77. İcməli suyun tərkibində misin təyini	279
5.78. Divinil istehsalatında çirkab sularında misin təyini	281
5.79. Çirkab sularında polimer dənəciklərinin miqdarının təyini	283
5.80. Çaxır turşusunun iştirakı ilə çirkab sularında vanadimin təyini	284
5.81. Çirkab sularında lüminisent metodu ilə neft məhsullarının təyini	286
5.82. Çirkab sularında infraqırmızı spektirin sahəsində spektrometrik metoddla yağların təyini	288
5.83. Çaxır turşusunun iştirakı ilə çirkab sularında kalorimetrik üsulu ilə alüminonla alüminiumun təyini	290
5.84. Təbii suyun tərkibində misin təyini (qurğuşun dietilditio karbominatla)	293
5.85. Həcmi üsulu ilə suda yodun təyini	295
5.86. Potensiomtrik metoddla suda yodun təyini	296
5.87. Qələvili çirkab sularında sulfidli kükürdün təyini	298
5.88. Çirkab sularında izopropil spirti, diizopropil efiri və toluolun təyini	300
5.89. Çirkab sularında asetonun təyini	302
5.90. Çirkab və təbii sularda toluol, ksilol, stiroil və alfametilstiroilun təyini	305
5.91. Çirkab sularında dəmir, sink, mis, titan və alüminiumun birgə iştirakı ilə onların təyini	308
5.92. Qətran və yağ turşularının birgə təyini	314
5.93. Çirkab sularında qətran turşularının təyini	315
5.94. Divinilnitril kauçuk istehsalatının çirkab sularında akril turşusunun nitrilinin təyini	317
5.95. Çirkab sularında nekalın və leykanolun ayrı-ayrı təyini	319
5.96. Divinilnitril kauçukları istehsalatının çirkab sularında spektrofotometrik üsulu ilə nekalın təyini	322
5.97. SKMS-10S, SKN-40S, SK-18S, SKS-30 ARKM-15, SKS-30S kauçuk istehsalatlarının çirkab sularında leykanolun spektrofotometrik təyini	323
5.98. SKN-18S, SKN-26S, SKN-40S butilakrilat kauçuk istehsalatının çirkab sularında natrium alkilsulfatın təyini	324

**R.Ə.Əliyeva, S.R.Hacıyeva
F.M.Çıraqov, Z.A.Məmmədov**

**NEFT-KİMYA SƏNAYESİNDƏ
İSTİFADƏ OLUNAN KİMYƏVİ
ANALİZ METODLARI**

I hissə

Direktor:

Şirindil Alışanlı

Bədii və texniki redaktor:

Səbuhi Qəhrəmanov

Formatı 60x84 1/16. Həcmi 20, 75 ç.v.

Tirajı 300. Sifariş № 97

Qiyəti müqavilə əsasında.

“Elm” RNPM-nin mətbəəsində çap olunmuşdur
(İstiqlaliyyət, 8)