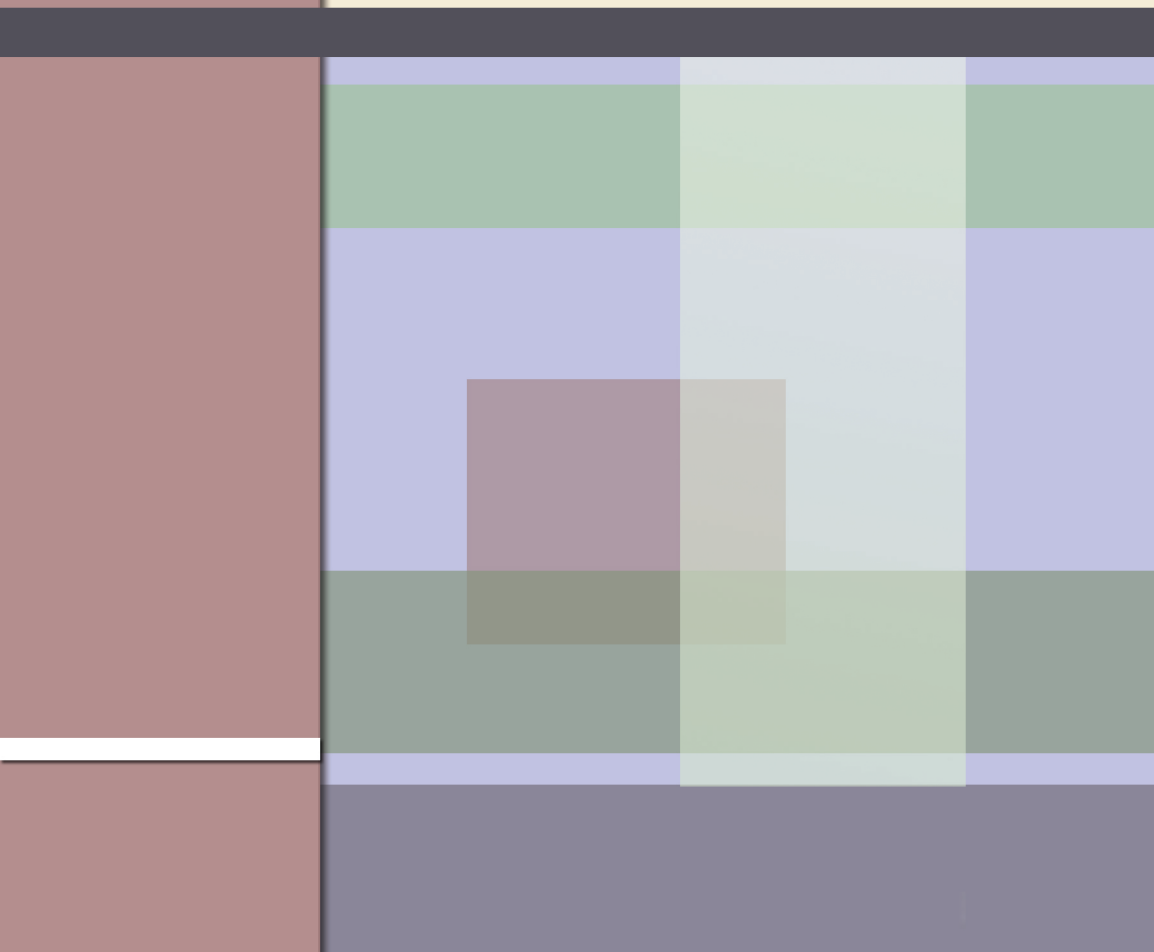


გურამ სუვატაშვილი

ხაოლონობითი
ანაციზის
ჰიაქსიხუმი



რაოდენობითი ანალიზის პრაქტიკუმი

ივანე ჯავახიშვილის სახელობის
თბილისის სახელმწიფო უნივერსიტეტი

გურამ სუპატაშვილი

რატონობითი ანალიზის პრაქტიკუმი

(ქიმიური და ფიზიკურ-ქიმიური მეთოდები)



უნივერსიტეტის
გამომცემლობა

ნაშრომში განხილულია რაოდენობითი ანალიზის ლაბორატორიაში მუშაობის პრაქტიკული საკითხები (საშუალო სინჯის აღება, მისი მომზადება საანალიზოდ, გამოსდილი და დეიონიზირებული წყლის მიღება-კონტროლის მეთოდები და სხვ.)

მოცემულია ნივთიერებათა რაოდენობრივი განსაზღვრის გრავიმეტრული, მოცულობითი, ფოტომეტრული და კინეტიკური მეთოდები.

წიგნი განკუთვნილია ქიმიის სპეციალობის სტუდენტებისა და დამწყები ქიმიკოსებისთვის.

რედაქტორები: ნინო თაყაიშვილი
ნუნუ ლაბარტყავა

*გამოცემულია ივანე ჯავახიშვილის სახელობის თბილისის
სახელმწიფო უნივერსიტეტის საუნივერსიტეტო საგამომცემლო
საბჭოს გადაწყვეტილებით.*

© ივანე ჯავახიშვილის სახელობის თბილისის
სახელმწიფო უნივერსიტეტის გამომცემლობა, 2018

ISBN 978-9941-13-765-5 (pdf)

შინაარსი

შინაარსი	5
წინასიტყვაობა	9
გამოყენებული ტერმინების განმარტება	10
I. ზოგადი ნაწილი	13
1.1. საანალიზო სინჯის აღება. საშუალო სინჯი	13
1.2. მცირე რაოდენობა ნივთიერების კონცენტრირება	15
1.3. მცენარეული ობიექტების მშრალი და სველი მინერალიზების მეთოდები	17
1.4. მყარი არაორგანული ნივთიერებების მომზადება საანალიზოდ	18
1.5. რაოდენობითი ანალიზის ლაბორატორიაში გამოყენებული ჭურჭელი, ნაკეთობები და მასალები	19
1.6. გამობდილი და დეიონიზირებული წყალი. მათი მომზადება, შენახვა და კონტროლი	22
1.7. ანალიზის შედეგების გამოსახვის ხერხები	24
II. გრავიმეტრია (ანალიზის წონითი მეთოდი)	26
2.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო, საიმედო შედეგების მიღების წინაპირობები. მუშაობის ტექნიკა	26
2.2. ნიადაგის ტენიანობის განსაზღვრა	29
2.3. სულფატების განსაზღვრა	30
2.4. რკინის (III) განსაზღვრა	33
2.5. სილიციუმის განსაზღვრა სილიკატებში	35
2.6. საერთო გოგირდის განსაზღვრა ქვანახშირში	37
III. ანალიზის მოცულობითი მეთოდი.....	40
3.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო. საიმედო შედეგის მიღების წინაპირობა. მუშაობის ტექნიკა	40
3.2. ხსნარების კონცენტრაციის გამოსახვის ხერხები	42
3.3. სტანდარტული და სამუშაო ხსნარები	43
3.4. საზომი ჭურჭელი, მათი დაკალიბრება	45
IV. ნეიტრალიზაციის მეთოდი	48
4.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო	48
4.2. წყალბად იონების კონცენტრაციის მაჩვენებელი (pH) მისი გათვლის და გაზომვის მეთოდები	49

4.3. სტანდარტული ნივთიერებები და სტანდარტული ხსნარები	53
4.4. მარილმჟავას სამუშაო ხსნარის მომზადება და სტანდარტიზაცია	54
4.5. NaOH-ის 0,1 N სამუშაო ხსნარის მომზადება და სტანდარტიზაცია	55
4.6. ჰიდროკარბონატ- და კარბონატ იონების განსაზღვრა ნარევეში	56
4.7. წყლის გარდამავალი სიხისტის განსაზღვრა	57
4.8. კარბონატების განსაზღვრა კირქვაში	58
4.9. ამონიუმის განსაზღვრა	59
V. დაჟანგვა-აღდგენის მეთოდი. პერმანგანატმეტრია	61
5.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო	61
5.2. სამუშაო და სტანდარტული ხსნარები	62
5.3. წყალბადის ზეჟანგის განსაზღვრა	63
5.4. რკინის (II) განსაზღვრა	64
5.5. მანგანუმის დიოქსიდის განსაზღვრა პიროლუზიტში	65
5.6. წყლის პერმანგანატული ინდექსის განსაზღვრა	66
VI. დაჟანგვა-აღდგენის მეთოდი. იოდმეტრია	68
6.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო	68
6.2. სამუშაო და სტანდარტული ხსნარები. ინდიკატორი	69
6.3. სულფიდ-იონის განსაზღვრა	71
6.4. სპილენძის (II) განსაზღვრა	72
6.6. სასმელ წყალში ნარჩენი ქლორის განსაზღვრა	73
6.5. წყალში გახსნილი ჟანგბადის განსაზღვრა	74
VII. დალექვის მეთოდი. არგენტომეტრია	76
7.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო	76
7.2. ქლორიდ-იონის განსაზღვრა ბუნებრივ წყლებში	76
VIII. მერკურიმეტრია	78
8.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო	78
8.2. ქლორიდ-ონის განსაზღვრა	79
IX. კომპლექსონმეტრია	80
9.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო	80
9.2. სამუშაო და დამხმარე ხსნარები	81
9.3. მეტალინდიკატორები კომპლექსონმეტრიაში	82
9.4. Na ₂ H ₂ Y-ის სტანდარტიზაცია. თუთიის განსაზღვრა	83
9.4. კალციუმის და მაგნიუმის განსაზღვრა	84
9.5. წყლის საერთო სიხისტის განსაზღვრა	85

9.6. ნიკელის განსაზღვრა	86
X. ანალიზის ფოტომეტრული მეთოდი	87
10.1. მეთოდის პრინციპი	87
10.2. ფოტომეტრული სიგნალის შეფასების და გაზომვის ტექნიკა	88
10.3. საკალიბრო გრაფიკი. შედეგის გაანგარიშება ფოტომეტრულ ანალიზში	89
10.4. ამონიუმ-იონის ფოტომეტრული განსაზღვრა	91
10.5. ნიტრიტ-იონის ფოტომეტრული განსაზღვრა გრისის რეაქტივით	93
10.6. ნიტრატ-იონის ფოტომეტრული განსაზღვრა ნატრიუმის სალიცილატით	94
10.7. ფოსფატ-იონის განსაზღვრა	95
10.8. რკინის (III) ფოტომეტრული განსაზღვრა თიოციანატ (როდანიდ) იონით	96
10.9. სპილენძის (II) ექსტრაქციულ-ფოტომეტრული განსაზღვრა ტყვიის დიეთილდიეთიოკარბამატის გამოყენებით	98
XI. ანალიზის ტურბიდიმეტრული მეთოდი	100
11.1. მეთოდის პრინციპი	100
11.2. სულფატების ტურბიდიმეტრული განსაზღვრა	100
11.3. ქლორიდების ტურბიდიმეტრული განსაზღვრა	102
XII. ანალიზის კინეტიკური მეთოდი	104
12.1. მეთოდის პრინციპი. რეაქციის სიჩქარის შეფასების ვარიანტები	104
12.2. სპილენძის (II) განსაზღვრა კინეტიკური მეთოდით	105
12.3. ულტრამიკრო რაოდენობა იოდიდ-იონის განსაზღვრა კინეტიკური მეთოდით	106
გამოყენებული ლიტერატურა	108

წინასიტყვაობა

მაღალკვალიფიციური ქიმიკოს-ანალიტიკოსის ფორმირებაში, საგნის თეორიულ საფუძვლებთან ერთად, მეტად მნიშვნელოვანია ლაბორატორიაში მუშაობის წესების გაცნობა-ათვისება. სასწავლო გეგმით ამ მიზნით გამოყოფილი საათების რაოდენობა, სამწუხაროდ, ქრონიკულად მცირდება. ვითარებას ამძიმებს ის გარემოებაც, რომ ქართულ ენაზე ანალიზურ ქიმიაში ა. ჩხენკელის და დ. ერისთავის პრაქტიკუმის სახელმძღვანელოების გამოცემიდან ნახევარ საუკუნეზე მეტი დრო გავიდა.

შექმნილ ვითარებაში განსაკუთრებით მნიშვნელოვანია ლაბორატორიული პრაქტიკუმის გამართული, რეალური პროგრამა და შესაბამისი სახელმძღვანელოს არსებობა. ჩვენ მიერ მომზადებული რაოდენობითი ანალიზის პრაქტიკუმი (ანალიზის ქიმიური და ფიზიკურ-ქიმიური მეთოდები) არსებული ხარვეზის შევსების ცდაა. სახელმძღვანელოში შეტანილი ამოცანები, ანალიზის ფიზიკურ მეთოდებთან ერთად, ფართოდაა დანერგილი მინერალური ნედლეულის კვლევის, გარემოს კონტროლის და ანალიზური ქიმიის სხვა პროფილის ლაბორატორიებში. ამასთან, გათვალისწინებულია მათი ქრონომეტრაჟის შესაბამისობა სასწავლო გეგმით გამოყოფილ საათებთან.

მინდა მაღლობა გადავუხადო ქიმიის მეცნიერებათა დოქტორს გიორგი მახარაძეს რჩევებისა და საქმიანი შენიშვნებისათვის, ქიმიის აკადემიურ დოქტორებს ნინო თაყაიშვილს და ნუნუ ლაბარტყავას ხელნაწერის გამოსაცემად მომზადებისას დიდი დახმარებისათვის.

გამოყენებული ტერმინების განმარტება

რაოდენობითი ანალიზის პრაქტიკულში მოტანილი მასალის გაცნობა-ათვისების გაადვილების მიზნით საჭიროდ ჩავთვალეთ ზოგიერთი ცნება-ტერმინის შეხსენება.

ხსნადობის ნამრავლი (L). იონთა კონცენტრაციების ნამრავლი მცირედ ხსნადი ელექტროლიტის ნაჯერ ხსნარში.

ნალექი. გრავიმეტრიაში – ქიმიური რეაქციის შედეგად ხსნარიდან გამოყოფილი მყარი ფაზა.

დასალექი ფორმა. გრავიმეტრული განსაზღვრის მიზნით ხსნარიდან გამოლექილი მყარი ფაზა.

სრული დალექვა. ნივთიერების რაოდენობრივი გადაყვანა მყარ ფაზაში. დალექვის შემდეგ ხსნარში დარჩენილი ნივთიერების რაოდენობა ნაკლები უნდა იყოს ანალიზური სასწორის მგრძნობიარობაზე (ჩვეულებრივ 0,2 მგ).

ასანონი ფორმა. ნალექის თერმული დამუშავებით მიღებული ნივთიერება მისი გრავიმეტრული მეთოდით განსაზღვრის მიზნით.

მუდმივი წონა. თერმული დამუშავებით მიღებული ნალექის წონა, რომელიც წინა შედეგიდან მხოლოდ $\pm 0,2$ მგ-ით განსხვავდება.

დეკანტაცია. კრისტალური ნალექის გარეცხვა-გაფილტვრის მეთოდი. ნალექის დანდომის შემდეგ ფილტრზე ჯერ გადააქვთ ძირითადი ხსნარი და ნალექის გასარეცხად მცირე ულუფობით დამატებული გამობდილი წყალი, შემდეგ კი ნალექი.

იზოთერმული დისტილაცია. ადვილად აქროლადი ნივთიერების გასუფთავების მეთოდი. ექსიკატორში 2-3 დლით ათავსებენ გასასუფთავებელი ნივთიერების (HCl, NH₄OH და სხვა) კონცენტრირებულ ხსნარს და ჯამით ორჯერ გამობდილ წყალს.

გატიტვრა. მოცულობითი მეთოდით ნივთიერების რაოდენობის განსაზღვრის პროცესი. ტიტრის დადგენა.

გატიტვრის მაჩვენებელი. pH, რომელზეც ფუძე-მჟავური ინდიკატორი მკვეთრად იცვლის შეფერილობას.

ტიტრიანი ხსნარი. ხსნარი, რომლის ტიტრი (კონცენტრაცია) ცნობილია.

ეკვივალენტობის წერტილი. გასატიტრ ხსნარში მორეაგირე ნივთიერებების მოლეკულივალენტების გათანაბრების მომენტი.

შიგა შუქფილტრი. შეფერილი ნივთიერება, რომელიც ინდიკატორის ფერის ცვლილების სიმკვეთრის გაუმჯობესების მიზნით შეაქვთ გასატიტრ ხსნარში.

ბუფერული ხსნარი. სუსტი მჟავის და მისი მარილის, ან სუსტი ფუძის და მისი მარილის ხსნარების ნარევი, რომლის pH მცირე რაოდენობა მჟავის, ან ტუტის დამატებისას პრაქტიკულად უცვლელი რჩება.

შუქშთანთქმა (ოპტიკური სიმკვრივე). ხსნარის შეფერილობის ინტენსივობის საზომი სიდიდე. ხსნარზე დაცემული (I_0) და ხსნარიდან გამოსული (I) ელექტრომაგნიტური ტალღების ინტენსივობათა თანაფარდობის ლოგარითმი $A = \lg I_0/I$.

შთანთქმის მოლური კოეფიციენტი (ϵ). ერთ მოლური ხსნარის ოპტიკური სიმკვრივე გაზომილი ოპტიმალურ ტალღაზე, ერთი სმ ფენის სისქის მქონე კიუვეტში.

ოპტიმალური ტალღა (λ_{opt}). ტალღა, რომელზეც მოცემული ნივთიერების მიერ სხივის შთანთქმა (აბსორბცია) მაქსიმალურია.

კიუვეტი. ორგანული ან კვარცის მინისგან დამზადებული ჭურჭელი, რომელიც გამოყენებულია ხსნარების და სუსპენზიების ოპტიკური სიმკვრივის გასაზომად.

ინდიკატორული რეაქცია. ქიმიური რეაქცია, რომელიც საფუძვლად უდევს კინეტიკური მეთოდით ნივთიერების რაოდენობის განსაზღვრას.

ინდიკატორული ნივთიერება. ნივთიერება, რომლის კონცენტრაციის, ან მისი პროპორციული პარამეტრის კონტროლი საფუძვლად უდევს კინეტიკური მეთოდით ნივთიერების რაოდენობის განსაზღვრას.

I. ზოგადი ნაწილი

1.1. საანალიზო სინჯის აღება. საშუალო სინჯი

ქიმიური ანალიზით მიღებული შედეგების სისწორე და საიმედოობა, უპირველეს ყოვლისა, დამოკიდებულია საანალიზო სინჯის აღების მეთოდზე. თუ საანალიზო ობიექტი ჰომოგენურია, ან წარმოდგენილია ერთეული სინჯებით, ამოცანა მარტივია და გართულებები მოსალოდნელი არ არის. მსხვილმარცვლოვანი, არაერთგვაროვანი შედგენილობის, დიდი რაოდენობა საანალიზო ობიექტების (მადნები, მყარი სათბობი, საამშენებლო მასალები და სხვა) ქიმიური შედგენილობის შესახებ სწორი ინფორმაციის მისაღებად საჭიროა ე.წ. საშუალო სინჯის აღება. მისი ქიმიური შედგენილობა საკონტროლო ობიექტის საშუალო ქიმიური შედგენილობის იდენტური უნდა იყოს.

საშუალო სინჯის აღება რთული და შრომატევადი პროცესია, დამოკიდებულია საანალიზო ობიექტის რაოდენობაზე და ჰომოგენობის ხარისხზე. რაც უფრო მსხვილმარცვლოვანი და არაერთგვაროვანია ობიექტი, მით მეტი რაოდენობა საწყისი სინჯის აღებაა საჭირო. მიღებული წესით შეგროვილ სინჯს უხეშად აფხვიერებენ, ყრიან რაიმე სუფთა ზედაპირზე, აძლევენ წრიულ ფორმას, ყოფენ ოთხ ნაწილად, საიდანაც იღებენ ორ მოპირდაპირე სექტორს. დაქუცმაცება-შემცილების პროცესს აგრძელებენ რამდენიმე ათეული გრამი 0,1 მმ ზომის ნაწილაკების მიღებამდე. მყარი სინჯების გასაფხვიერებლად გამოყენებულია ლაბორატორიული წისქვილები, ფაიფურის ან აქატის როდინები. საშუალო სინჯის ნაწილს იყენებენ საანალიზოდ, ნაწილს სათანადო ეტიკეტის გაკეთების შემდეგ, ინახავენ საკონტროლოდ.

გარკვეულ სირთულეებთან არის დაკავშირებული გარემოს ობიექტების (ჰაერი, წყლები, ნიადაგი) საანალიზო სინჯების აღება. განსასაზღვრავი კომპონენტების დაბალი შემცველობის გამო სათანადო დამჭერებში, გასატარებელია დიდი მოცულობა ჰაერი.

ამასთან, გასათვალისწინებელია ჰაერში ანთროპოგენური მინარე-
ვების ცვალებადობა დროში. ობიექტური ინფორმაციის მისაღე-
ბად ჰაერის საშუალო დღელამური შედგენილობის დასადგენად
საანალიზო სინჯს იღებენ წყვეტილად, რამდენიმე საათიანი ინ-
ტერვალით.

ზედაპირული წყლების ქიმიური შედგენილობის შესწავლის
მიზნით გამოყენებულია ერთჯერადი, ყოველთვიური და სეზონუ-
რი სინჯები. ამავე მიზნით სარგებლობენ სინქრონულად აღებული
სინჯებითაც (მდინარის სხვადასხვა ადგილზე სინჯებს იღებენ ერ-
თდროულად).

ზედაპირული წყლები უმეტეს შემთხვევაში მღვრია. შეტივ-
ნარებული ნივთიერებების მოსაცილებლად სარგებლობენ ფილ-
ტრაციის, ცენტრიფუგირების ან დაყოვნების (სედიმენტაციის) მე-
თოდებით. წყლის სინჯების შესანახად გამოყენებულია სინთეზუ-
რი მასალისაგან დამზადებული ჭურჭელი. თუ სინჯი გამიზნულია
ორგანული ნივთიერებების განსასაზღვრავად, მაშინ უპირატესო-
ბა ენიჭება მინის ჭურჭელს.

წყლის ქიმიური შედგენილობა მასში მიმდინარე ქიმიური, ბიო-
ქიმიური თუ ბაქტერიოლოგიური პროცესების გამო ცვლია. ამი-
ტომ ამ პროცესებში მონაწილე კომპონენტების (გახსნილი აირები,
ბიოგენური, ადვილად ჟანგვადი და ჰიდროლიზებადი ნივთიერე-
ბები) უნდა განისაზღვროს ადგილზე, ან სინჯის აღებიდან რამდე-
ნიმე საათში. სხვა შემთხვევაში საჭიროა სინჯის კონსერვირება.
ამ მიზნით სინჯს ამჟავებენ, უმატებენ ანტისეპტიკს, აციებენ ან
ყინავენ.

ნიადაგის ქიმიური შედგენილობის კვლევის ძირითადი მიზანი
მისი ნაყოფიერების და ანთროპოგენური დაბინძურების ხარისხის
დადგენაა. მიზანდასახულობის მიხედვით საანალიზო სინჯების
სიხშირე და ადგილის სივრცითი განაწილება რამდენადმე განსხვა-
ვებულია.

ნიადაგის ნაყოფიერების განმსაზღვრელი ორგანული და ბიო-
გენური ნივთიერებების შემცველობა ცალკეულ მონაკვეთებზე
მეტ-ნაკლებად სტაბილურია. ამიტომ საკმარისი იქნება საკონ-

ტროლო ფართობზე რამდენიმე სინჯის აღება სხვადასხვა ჰორი-
ზონტზე (0-10, 10-20 და ა.შ. სმ).

ნიადაგის ანთროპოგენური დაბინძურების ხარისხის დასადგე-
ნად უნდა გავითვალისწინოთ მანძილი დაბინძურების წყაროდ,
მისი სიმძლავრე, გაბატონებული ქარების მიმართულება და სხვა
ფაქტორები.

საანალიზოდ აღებულ ნიადაგის სინჯებს აქუცმაცებენ, აცი-
ლებენ კენჭებს და მცენარეების ფესვებს, აშრობენ ჰაერზე ან
თერმოსტატში 40°C -ზე, აფხვიერებენ 2 მმ ნაწილაკებამდე და ინა-
ხავენ ქილებში.

აგრო- და ეკოქიმიური თვალსაზრისით საინტერესო ინფორმა-
ციას იძლევა, მცენარეების, განსაკუთრებით საკვები პროდუქტე-
ბის, ქიმიური შედგენილობა. საანალიზო სინჯების აღებისას უნდა
გავითვალისწინოთ მცენარის სახეობა, ადგილმდებარეობა, ვეგე-
ტაციის პერიოდი და სხვა. სინჯებს აშრობენ, აქუცმაცებენ და
ინახავენ ქილებში ან ქალაღის პარკებში.

1.2. მცირე რაოდენობა ნივთიერების კონცენტრირება

ანალიზის მეთოდების სამუშაო დიაპაზონის და მგრძობია-
რობის განუწყვეტელი ზრდის მიუხედავად, მათი შესაძლებლობა
პრაქტიკის მოთხოვნებს მაინც ჩამორჩება. სხვაობა განსაკუთრე-
ბით შესამჩნევია მიკრო- და ულტრამიკრო რაოდენობა ნივთიერე-
ბების განსაზღვრის სფეროში. არსებული ხარვეზის შევსების
ერთ-ერთი გზაა მცირე რაოდენობა ნივთიერებების კონცენტრი-
რება. კონცენტრირებაში იგულისხმება ნივთიერების უდანაკარ-
გოდ გადატანა დიდი მოცულობიდან მცირეში, ან დიდი მასიდან
მცირეში. ამ მიზნით ანალიზურ ქიმიაში რამდენიმე მეთოდია გა-
მოყენებული.

ამოშრობა. გამსხნელის ამოშრობა კონცენტრირების უძვე-
ლესი მეთოდია. დასაკონცენტრირებელ ხსნარს ათავსებენ ჯამში,
ან დაბალ, დიდი დიამეტრის მქონე ჭიქაში და ელექტროქურაზე
აცხელებენ $70-80^{\circ}\text{C}$. ტემპერატურის გაზრდით იზრდება დასაკონ-

ცენტრირებული ნივთიერების აქროლების ალბათობა. დანაკარგის აცილების მიზნით სინჯში შეაქვთ H_2SO_4 , K_2CO_3 ან სხვა რეაგენტი. ზოგჯერ მიზანშეწონილია არა გამხსნელის, არამედ განსასაზღვრავი ნივთიერების გადადენა (მაგ., ამიაკი – ტუტე არედან, ბორის მუჟა – მეთანოლის თანაობისას და სხვა). პროცესის დაჩქარების მიზნით პრაქტიკაში გამოიყენება ვაკუუმ ამორთქლებლები.

ამოშრობის მეთოდი ხანგრძლივი და არასპეციფიკურია. განსასაზღვრავ ნივთიერებასთან ერთად კონცენტრირდება ხელისშემშლელი ნივთიერებებიც. მიუხედავად ქიმიური ჩარევისა (შემჟავება HCl -ით), ბუნებრივი ნწყლებიდან მოსალოდნელი ნალექგამოყოფის გამო, კონცენტრირების ხარისხი (ხსნარების საწყისი და საბოლოო მოცულობების თანაფარდობა) დაბალია.

მიუხედავად ნაკლისა, სიმარტივისა და ხელმისაწვდომობის გამო კონცენტრირების ამოშრობის მეთოდი ფართოდ გამოიყენება პრაქტიკაში.

ექსტრაქცია. ექსტრაქცია სამუშაო დიაპაზონით ნივთიერებათა კონცენტრირება-დაცილების გამორჩეული მეთოდია. მეთოდს საფუძვლად უდევს ნივთიერების განაწილება ორ, ერთმანეთში შეურევად გამხსნელს შორის, რაც, თავის მხრივ, მათ განსხვავებულ ხსნადობაზეა დამოკიდებული. ნივთიერების ექსტრაქციული მეთოდით კონცენტრირების უმარტივესი მაგალითია წყალხსნარიდან იოდის ამონვლილვა ბენზოლით ან სხვა ორგანული გამხსნელით.

ნივთიერებათა ექსტრაქციული მეთოდით კონცენტრირება-დაცილების ტექნიკა მარტივია. გამყოფ ძაბრში შეაქვთ საანალიზო ხსნარი, უმატებენ საჭირო რეაქტივის ხსნარს ორგანულ გამხსნელში და ენერგიულად ანჯღრევენ 2-3 წუთი. დაყოვნების შემდეგ გამოყოფენ ორგანულ ფაზას (კონცენტრატს) და აგრძელებენ ანალიზს. ექსტრაქციული მეთოდით მიღებული კონცენტრატიდან განსასაზღვრავი ნივთიერების გამოყოფა შესაძლებელია მისი რეექსტრაქციით HCl , NH_4OH , ან სხვა რეაგენტით.

კონცენტრირება-დაცილების ექსტრაქციულ მეთოდში გამოყენებული რეაგენტების (დითიზონი, დიეთილდითიოკარბამატი,

ო-ოქსიქინოლინი და სხვა), ორგანული გამხსნელების (ქლოროფორმი, ოთხქლორიანი ნახშირბადი, ბენზოლი და სხვა), ხსნარის მჟავიანობისა და შემნიღბავი რეაგენტების ვარირებით შესაძლებელია ურთულესი ანალიზური ამოცანების გადაჭრა.

კონცენტრირების ექსტრაქციული მეთოდის ნაკლია ორგანული გამხსნელების სიძვირე და ტოქსიკურობა. ამიტომ რეკომენდებულია მუშაობის პროცესში ამნოვი კარადით სარგებლობა.

ანალიზურ ქიმიში მცირე რაოდენობა ნივთიერებების კონცენტრირებისათვის გამოყენებულია, აგრეთვე, იონგაცვლითი ქრომატოგრაფიის, თანდალექვის და სხვა მეთოდები.

1.3. მცენარული ობიექტების მშრალი და სველი მინერალიზების მეთოდები

ბიოგენური ნივთიერებების ანალიზისათვის, იშვიათი გამონაკლისით, საჭიროა განსასაზღვრავი ელემენტების გადაყვანა იონურ ფორმაში. ამ მიზნით გამოყენებულია მინერალიზების (დანაცრების) მშრალი და სველი მეთოდები.

მინერალიზების მშრალი მეთოდი. თერმოსტატში გამომშრალი სინჯი პლატინის ან ფაიფურის ჯამით შეაქვთ ელექტროლუმელში, რომლის ტემპერატურა თანდათან აჰყავთ მეთოდით მითითებულ სიდიდემდე. მინერალიზების ტემპერატურის გაზრდით იზრდება დანაცრების სიჩქარე, მაგრამ ასევე იზრდება განსასაზღვრავი ნივთიერების აქროლების ალბათობაც. პროცესის დაჩქარების და დანაკარგის აცილების მიზნით რეკომენდებულია სინჯის შესველება კონცენტრირებული HNO_3 , H_2SO_4 -ით, ან მყარი $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ -ის შეტანა.

სინჯის მინერალიზება ხანგრძლივი პროცესია, რომლის დასრულების მაჩვენებელია მონაცისფრო-თეთრი ნაშთის მიღება. თუ დანაცრების შემდეგ დარჩენილია შავი ნაწილაკები, ნაცარს შეასველებენ გამოხდილი წყლით, გასრესენ მინის წკირით და ისევ აცხელებენ ელექტრო ლუმელში.

მინერალიზების სველი მეთოდი. საანალიზო სინჯს ათავსებენ გრძელეცელა, ცეცხლგამძლე მინისაგან დამზადებულ კოლბაში (კიელდალის კოლბა), უმატებენ HNO_3 , H_2SO_4 , KClO_3 , H_2O_2 ან მათ ნარევს და აცხელებენ სილის აბაზანაზე სინჯის სრულ გახსნამდე.

სინჯის მინერალიზების მშრალი მეთოდისაგან განსხვავებით, სველ მეთოდში განსასაზღვრავი ნივთიერების დანაკარგი გამოვლინებულია. სამაგიეროდ გაზრდილია გამოყენებული რეაგენტებით სინჯის დაბინძურების შესაძლებლობა.

ბიოგენური ობიექტების მინერალიზებისათვის სარგებლობენ კომბინირებული ვარიანტითაც – სინჯს ჯერ ანახშირებენ ლუმენში, შემდეგ პროცესს აგრძელებენ სველი მეთოდით. ამავ მიზნით წარმატებით გამოიყენება სინჯის ულტრაბგერით დამუშავების მეთოდიც.

1.4. მყარი არაორგანული ნივთიერებების მომზადება

საანალიზოდ

მყარი ნივთიერებების ქიმიური და ფიზიკურ-ქიმიური მეთოდებით ანალიზის შემთხვევაში, იშვიათი გამონაკლისის გარდა, საჭიროა მათი გადაყვანა გახსნილ მდგომარეობაში. საანალიზო ობიექტების (შენადნობები, ქანები, მინერალები და სხვა) უმეტესობა წყალში უხსნადია, ამიტომ ამ მიზნით საჭიროა მჟავების, მათი ნარევების და სხვა რეაგენტების გამოყენება.

მეტალების, მათი შენადნობების და კარბონატული ქანების გამხსნელად გამოყენებულია მარილმჟავა, რომლის მარილების უმრავლესობა წყალში ხსნადია, ამასთან ადვილია მჟავის გასუფთავება გადადენით ან იზოთერმული დისტილაციით. მარილმჟავის, როგორც გამხსნელის ნაკლია აქროლადობა. სინჯის თერმული დამუშავების საჭიროებისას მისი გამოყენება შეზღუდულია. ასეთ შემთხვევებში სარგებლობენ შედარებით თერმომდგრადი გოგირდმჟავით. ცხელი, კონცენტრირებული გოგირდმჟავა ძლიერი მჟანგავია, ამიტომ მსგავსად აზოტმჟავისა, გამოყენებულია

არააქტიური მეტალების, მათი შენადნობების, სულფიდური მადნების და სხვათა გამხსნელად. საანალიზო ობიექტებში, მიკროკომპონენტების განსაზღვრის შემთხვევაში, უნდა გავითვალისწინოთ გოგირდმჟავაში მინარევების (ტყვია, ალუმინი, რკინა და სხვა) შესაძლო არსებობა, რომელთა მოცილება საკმაოდ რთულია. ანალიზის შედეგებში სათანადო შესწორების შესატანად აუცილებელია საკონტროლო განსაზღვრების ჩატარება.

ნიადაგის, ქანების, სილიკატური მადნების და სხვა სინჯების დასაშლელად გამოყენებულია ფთორწყალბადმჟავა, რომელიც სილიციუმთან წარმოქმნის აქროლად ფთორიდს. ამ შემთხვევაში გარკვეულ სირთულეს ქმნის სამუშაოდ სინთეზური მასალისაგან (ფთოროპლასტი, პოლიეთილენი და სხვა) დამზადებული ჭურჭლის გამოყენების აუცილებლობა.

მყარი საანალიზო ნივთიერებების დაშლის რადიკალური საშუალებაა მათი შეღობა $900-950^{\circ}\text{C}$ -ზე, ან შეცხოვა ტუტე (Na_2CO_3 , K_2CO_3 , NaOH), მჟავა (NaHSO_4 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$), ან მჟანგავი ბუნების ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, Na_2O_2) ნივთიერებებთან. სინჯის თერმული დამუშავების შედეგად წარმოქმნილი ნალღობი ადვილად იხსნება განზავებულ მჟავებში.

1.5. რაოდენობითი ანალიზის ლაბორატორიაში გამოყენებული ჭურჭელი, ნაკეთობები და მასალები

რაოდენობითი ანალიზის ლაბორატორიის ნორმალური ფუნქციონირებისათვის საჭიროა რეაქტივების, ქიმიური ჭურჭლის, დამხმარე მასალების და აპარატურის მძლავრი არსენალი. ლაბორატორიაში უნდა იყოს აირწინალი, ცეცხლმქრობი, პირველი დახმარებისათვის საჭირო მედიკამენტები, უნდა ჰქონდეს კარგი ვენტილაცია და გამართული ამწოვი კარადა.

მინის ჭურჭელი და ნაკეთობები. ლაბორატორიებში გამოყენებული მინის ჭურჭელი განსხვავებულია დანიშნულების, ზომისა და მინის შედგენილობა-სახეობების მიხედვით. ჩვეულებრივ ამ მიზნით გამოყენებული ე.წ. ქიმიური მინა, გამჭვირვალეა და იაფი,

მაგრამ არ გამოირჩევა თერმული მედეგობით და ვერ უძლებს ტემპერატურის მკვეთრ რყევას. ჭიქების, კოლბების და სხვა გარდა ქიმიური მინისაგან მზადდება საზომი ჭურჭელი (პიპეტები, ბიურეტები, კოლბები). მინაში სილიციუმის დიოქსიდის წილის გაზრდით იზრდება მისი ქიმიური და თერმომდგრადობა. ამ მახასიათებლებით გამოირჩევა ბორსილიკატური (პირექსის) და, განსაკუთრებით, კვარცის მინა. პირექსის მინისაგან დამზადებული ჭიქები, კოლბები და სხვა მედეგია $680-730^{\circ}\text{C}$ -მდე. კვარცის მინის ტიგელები, ჯამები და სხვა გამოყენებულია სინჯების დასამუშავებლად $1000-1200^{\circ}\text{C}$ ტემპერატურაზე. კვარცის მინისაგან დამზადებული ნაკეთობების ფართო გამოყენებას ხელს უშლის მისი სიძვირე. მინა საკმაოდ ინერტული ნივთიერებაა, მდგრადია მჟავების, მარილთა წყალხსნარების და სხვათა მიმართ, მაგრამ ტუტეების ზემოქმედებით ხდება მისი „ამოჭმა“. ამიტომ ცხელ, კონცენტრირებულ ტუტეებთან მუშაობისას მინის ჭურჭლის (მათ შორის კვარცის მინის) გამოყენება რეკომენდებული არ არის.

ფაიფური. ქიმიური ჭურჭლის (ტიგელები, ჯამები და სხვა) დასამზადებლად წარმატებით გამოიყენება ფაიფურიც. ფაიფური ქიმიურად მედეგი და თერმომდგრადია, უძლებს $900-1000^{\circ}\text{C}$ ტემპერატურას.

მინანახშირბადი. ლაბორატორიულ პრაქტიკაში სინჯების თერმული დამუშავებისათვის 500°C ტემპერატურამდე გამოყენებულია მინანახშირბადისაგან დამზადებული ტიგელებიც. მინანახშირბადი ინერტულია მჟავების, ტუტეების, გამხსნელების და სხვა აგრესიული ნივთიერებების მიმართ.

ფთოროპლასტი (ტეფლონი). ქიმიური თვალთახედვით განსაკუთრებით ინერტულია ფთოროპლასტი. სინჯების თერმული დამუშავებისათვის მისგან დამზადებული ნაკეთობების გამოყენება შეზღუდულია, რადგან $250-270^{\circ}\text{C}$ ლღვება. ფთოროპლასტისაგან დამზადებული ქიმიური ჭურჭელი შეუცვლელია ფთორწყალბად მჟავასთან მუშაობის შემთხვევაში.

პოლიეთილენი. პოლიეთილენი თერმოპლასტიკური, ინერტული მასალაა, არ მოქმედებს მჟავებთან, ტუტეებთან და, რაც მთავარია, ფთორწყალბადმჟავასთან. მისგან ამზადებენ ჭიქებს, დაბრებს, პიპეტებს და სხვა.

პლატინა. პლატინა ძვირფასი ლითონია, გამოირჩევა ქიმიური და თერმომედეგობით, კარგი თბოგამტარია. მექანიკური მდგრადობის გაზრდის მიზნით ტიგელებს, ჯამებს და სხვ. ამზადებენ პლატინა-ირიდიუმის ან პლატინა-როდიუმის შენადნობებიდან, რომლებიც უძლებს $1200-1300^{\circ}\text{C}$ ტემპერატურას.

პლატინა ძვირადღირებული ლითონია, ამიტომ მის ნაკეთობებს განსაკუთრებული ყურადღება სჭირდება. პლატინის ქურჭელში არ შეიძლება სინჯების შეღობა ტუტეებთან, ლითონშემცველ ნარევებთან, გაცხელება თეზაფთან (სამეფო არაყთან).

მიუხედავად ქიმიური და თერმული მედეგობისა სოდასთან, ბორაქსთან და სხვა შეღობისას, ასევე 1100 და მეტ გრადუსზე გაცხელებისას ადგილი აქვს პლატინის $0,1-0,3$ მგ დანაკარგს, რაც მხედველობაშია მისაღები ნაკეთობის სისტემური გამოყენების შემთხვევაში.

ქალაღდის და მინის ფილტრები. გრავიმეტრიაში ხსნარიდან ნალექის გამოსაყოფად გამოყენებულია ქალაღდის „უნაცრო“ ფილტრები, რომლებიც განსხვავდებიან ფორების ზომით. ჩვეულებრივი ფილტრების ფორების ზომა $3,5-10$ მიკრონია, მჭიდრო ფილტრების კი $1-2,5$ მიკრონი. ფართოფორებიანი უნაცრო ფილტრები შეკრულია ნითელი ან თეთრი ლენტით, მჭიდრო ფილტრები კი ლურჯი ლენტით. ფილტრის არჩევისას ითვალისწინებენ ნალექის დისპერსობის ხარისხს და რაოდენობას. ფილტრში გადატანილმა ნალექმა არ უნდა დაიკავოს ფილტრის კონუსის ნახევარზე მეტი. ფილტრის ზომის შესაბამისად ხდება დაბრის შერჩევა – მანძილი ფილტრისა და დაბრის ზედა კიდეებს შორის უნდა იყოს $0,5-1$ სმ.

მყარი და თხევადი ფაზების დასაცვილებლად ხშირად იყენებენ მინის ფილტრებს. მათ დასამზადებლად გაფხვიერებულ მინის მარცვლებს ნაწილობრივ შეაღობენ. მარცვლების ზომისა და

მათი შეღებვის ხარისხის მიხედვით მინის ფილტრების ფორების ზომა იცვლება 10–120 მიკრონის ფარგლებში. მინის ფილტრების გამოყენების შემთხვევაში, გაფილტვრის დაჩქარების მიზნით, შესაძლებელია ვაკუუმის გამოყენება და ასანონი ფორმის მიღება ფილტრის გამოშრობით 120-150°C ზე.

ზოგ შემთხვევაში, ხსნარ-ნალექის დასაცილებლად მიზანშეწონილია მისი ცენტრიფუგირება. მყარი ფაზის სელიმენტაციის სიჩქარე და სისრულე დამოკიდებულია ნალექის ბუნებაზე (სიმკვრივე, ზომა), ცენტრიფუგის სინჯარების ბრუნვის ხანგრძლივობაზე, სიჩქარეზე და რადიუსზე. ხსნარ-ნალექის დაცილება ცენტრიფუგირებით გრავიმეტრიაში იშვიათად გამოიყენება.

ქიმიის სხვადასხვა სფეროში გამოყენებულია აგრეთვე კერამიკული, მემბრანული და ულტრაფილტრები, რომელთა ფორების ზომა 0,1 მიკრონიდან 1 მილიმიკრონის ფარგლებში მერყეობს.

1.6. გამოხდილი და დეიონიზირებული წყალი. მათი მომზადება, შენახვა და კონტროლი

ქიმიური პროფილის ლაბორატორიებში გამოყენებული ნივთიერებების ყველაზე დიდი წილი მოდის დისტილირებულ (გამოხდილ) წყალზე. დისტილირებული წყალი აუცილებელია სამუშაო და სტანდარტული ხსნარების მოსამზადებლად, საანალიზო ნივთიერებების გასახსნელად, ქიმიური ჭურჭლის გასარეცხად და ა. შ. ამიტომ მისი სისუფთავე მნიშვნელოვან წილად განსაზღვრავს ანალიზით მიღებული შედეგების საიმედოობას.

ანალიზური ქიმიის თვალსაზრისით მთავარი მოთხოვნა სუფთა წყლის მიმართ მარტივია – ამა თუ იმ გზით გასუფთავებული წყალი გავლენას არ უნდა ახდენდეს ანალიზის შედეგზე. საერთაშორისო სტანდარტის (ISO 3696) მიხედვით პირველი კლასის გამოხდილი წყლის ხვედრითი ელგამტარობა ნაკლები უნდა იყოს 0,01 მკსიმ/მ.

სუფთა წყალი მზადდება ჩვეულებრივი (სასმელი) წყლიდან. მასში გახსნილი ნივთიერებების მოცილების მიზნით გამოყენებუ-

ლია დისტილაციის, იონგაცვლითი ქრომატოგრაფიის, ელექტროქიმიური და სხვა მეთოდები. დისტილაციის მეთოდი წყლის გასუფთავების უძველესი, მარტივი და ხელმისაწვდომი მეთოდია. ლაბორატორიულ პირობებში წყლის დისტილაციას ახდენენ მინისგან დამზადებული აპარატით. ამ მიზნით ამჟობინებენ პირექსის ან კვარცის მინის დისტილატორებს. წყალში გახსნილი აქროლადი ორგანული ნაერთების დისტილატში მოხვედრის ასაცილებლად გადადენის წინ წყალს უმატებენ რამდენიმე მლ კონცენტრირებულ გოგირდის მჟავას და კალიუმის პერმანგანატის ხსნარს მდგრადი ვარდისფერის მიღებამდე. დისტილატის პირველ 100-200 მლ არ იყენებენ. სუფთა დისტილატის მიღება შეიძლება წყლის ორჯერადი გამოხდით.

მაღალი წარმადობა (5-10 და მეტი ლიტრი საათში) აქვს წყლის სახდელ კუბებს. მაგრამ ამ გზით მიღებული დისტილატი დაბინძურებულია სპილენძით, რომლის წყარო ელექტრომაცხელებელი ელემენტია.

წყლის დემინერალიზაციის (დეიონიზაციის) მიზნით წარმატებით გამოიყენება იონგაცვლითი ქრომატოგრაფია. ამ მიზნით ბუნებრივ წყალს თანმიმდევრულად ატარებენ ჯერ კატიონიტის (H – ფორმა), შემდეგ კი ანიონიტის (OH – ფორმა) სვეტებში.

H-ფორმაში გადასაყვანად გაფხვიერებულ (მარცვლების ზომა 0,2-0,4 მმ) გარეცხილ და წყალში გაჯირჯვებულ კატიონიტს ამუშავებენ 2-3 %-იანი HCl-ით, შემდეგ კი გულდასმით რეცხავენ გამოხდილი წყლით წყალბად იონზე უარყოფით რეაქციამდე. ანალოგიურად მომზადებული ანიონიტი OH- ფორმაში გადაჰყავთ 2 %-იანი NaOH-ით და რეცხავენ OH⁻-ის მოცილებამდე (H⁺ და OH⁻ კონტროლი შესაძლოა მეთილნარინჯით და ფენოლფთალეინით).

ლაბორატორიული მიზნებისათვის ოპტიმალურია 2-3 სმ დიამეტრის და 25-30 სმ სიმაღლის სვეტებით სარგებლობა. რადგან იონიტების ტევადობა შეზღუდულია, პრაქტიკული თვალთახედვით ამჟობინებენ გამოხდილი წყლის დეიონიზაციას.

ტექნიკური თვალსაზრისით, სუფთა წყლის მიღება უფრო ადვილია, ვიდრე მისი შენახვა ქიმიური შედგენილობის შეუცვლელად. წყლის დაბინძურების მიზეზი შეიძლება იყოს ჭურჭელი და ჰაერიდან მოხვედრილი ნივთიერებები. ხანგრძლივი კონტაქტის შემთხვევაში ქიმიური მინიდან წყალში მცირე რაოდენობით გადადის ნატრიუმის, კალციუმის და სხვა იონები. ამიტომ გამოხდელი წყლის შესანახად უმჯობესია კვარცის მინისგან ან სინთეზური მასალისაგან დამზადებული ჭურჭელი.

გამოხდელი წყლის დაბინძურების წყაროა ჰაერი. ცნობილია, რომ სუფთა ლაბორატორიის ჰაერში 0,2-0,5 მკგ/ლ მტვერია, რომელიც უყურადღებობის შემთხვევაში შეიძლება მოხვედეს გამოხდელ წყალში. გარდა ამისა, ლაბორატორიის ჰაერში გაზრდილია აქროლადი რეაგენტების (NH_3 , HCl) კონცენტრაცია, რომლებიც კარგად იხსნებიან წყალში. მათი გავლენის აცილება შეიძლება წყლის შესანახი ჭურჭლის საცობში სპეციალური გაზდამჭერი მილის ჩამონტაჟებით.

გამოხდელ წყალში გახსნილი ნივთიერებების დაბალი კონცენტრაციების გამო წყლის სისუფთავის შემოწმება ქიმიური მეთოდებით ძნელი და შრომატევადია. ამიტომ ამ მიზნით კონდუქტომეტრული მეთოდით აკონტროლებენ წყლის ხვედრით ელექტროგამტარობას. ISO 3696 მიხედვით, ჩვეულებრივი მიზნებისათვის გამოყენებული გამოხდელი წყლის ხვედრითი ელექტროგამტარობა ნაკლები უნდა იყოს $5 \cdot 10^{-5}$ სიმ/მ-ზე, ძალიან სუფთა წყლის შემთხვევაში კი – $5 \cdot 10^{-8}$ სიმ/მ-ზე.

1.7. ანალიზის შედეგების გამოსახვის ხერხები

თვისებით ანალიზში საკვლევ ობიექტში საძიებო ნივთიერების არსებობის შესახებ პასუხი დადებითი ან უარყოფითია (აღმოჩნდა, არ აღმოჩნდა). ანალიზის შედეგის ინფორმატიულობის გაზრდის მიზნით ზოგჯერ უთითებენ გამოყენებული მეთოდის მგრძობიარობას, ან აღმოსაჩენ მინიმუმს.

რაოდენობით ანალიზში ანალიზის შედეგის გამოსახვის რამდენიმე ხერხია გამოყენებული:

- ა. წონითი ერთეულები – გ, მგ, მკგ და ა.შ.
- ბ. წონითი ერთეულები საანალიზო ნივთიერების წონით, ან მოცულობით ერთეულში – მკგ/გ, მგ/კგ, გ/ტ; მკგ/მლ, მკგ/ლ, მგ/ლ, მგ/დმ³ და ა.შ. ჰაერის ანალიზის შემთხვევაში – მგ/მ³, მკგ/მ³ და ნგ/მ³;
- გ. მასური წილი (%) – განსასაზღვრავი ნივთიერების წილი საანალიზო ობიექტის 100 წონით, ან მოცულობით ნაწილში. მიკრო- და ულტრამიკრო რაოდენობა ნივთიერების შემცველობას ზოგჯერ გამოსახავენ წილით ათას, მილიონ, მილიარდ და ა.შ. რაოდენობა საანალიზო ობიექტში (მგ %, ppm, ppb);
- დ. ნივთიერების მოლეზის, ან მოლეკვივალენტების რაოდენობა საანალიზო ნივთიერების წონით, ან მოცულობით ერთეულში;
- ე. გარემოს ობიექტების ანალიზის შედეგებს თვალსაჩინოების მიზნით ზოგჯერ ადარებენ ზღვრულად დასაშვებ კონცენტრაციებს (ზდკ) – ნაკლები ზდკ-ზე, ორჯერ მეტი ზდკ-ზე და ა.შ.
- ვ. ბუნებრივი წყლების, სილიკატების, შენადნობების და სხვა ობიექტის ანალიზის შედეგების თვალსაჩინოებისათვის გამოყენებულია გრაფიკული მეთოდებიც. სვეტის სიმაღლით, წრის სექტორის ფართობით და სხვა, გამოსახავენ კომპონენტის წონითი ერთეულების, მოლეზის, ან ეკვივალენტების ფარდობით წილს;
- ზ. ელემენტის შემცველი ნაერთების წონით, ან ფარდობითი წილი საანალიზო ობიექტში (ფაზური ანალიზი). მაგალითად, სულფატური, სულფიდური, პირიტული და ორგანული გოგირდის წილი ქვანახშირში.

ანალიზის შედეგის გამოსახვის არჩევანს განსაზღვრავს დამკვიდრებული ტრადიცია, საანალიზო ობიექტის სახეობა, განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობა და სხვა ფაქტორები.

II. გრავიმეტრია (ანალიზის წონითი მეთოდი)

2.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო, საიმედო შედეგების მიღების წინაპირობები. მუშაობის ტექნიკა

გრავიმეტრია ანალიზური ქიმიის უძველესი დარგია, გამოირჩევა სიმარტივით და შედეგების საიმედოობით. მიუხედავად ხანგრძლივობისა, შრომატევადობისა და შედარებით დაბალი მგრძნობიარობისა, მეთოდი დღემდე წარმატებით გამოიყენება ანალიზურ პრაქტიკაში. მეთოდის პრინციპი მარტივია – განსასაზღვრავი ნივთიერება გადაჰყავთ პრაქტიკულად უხსნად ნაერთში, რომელსაც გამოყოფენ, აშრობენ ან გამოწვავენ და წონიან. გრავიმეტრული ანალიზისათვის ძალაში რჩება დ. მენდელეევის გამონათქვამი „ყოველი ანალიზი იწყება და მთავრდება აწონვით“.

საიმედო შედეგის მისაღებად აუცილებელია საშუალო სინჯიდან წონაკის ზუსტად აღება, მისი უდანაკარგოდ გადაყვანა საანალიზო ფორმაში, განსასაზღვრავი ნივთიერების სრულად დალექვა, ნალექის გულდასმით გარეცხვა, მისი თერმული დამუშავებით ასაწონი ფორმის მიღება და ზუსტად აწონვა.

ანალიზური ქიმიის ლაბორატორიებში გამოყენებული სასწორები ფაქიზი ხელსაწყოებია. მათი ნორმალური ექსპლუატაციისათვის წინასწარ გულდასმით უნდა გავეცნოთ და ზუსტად დავიცვათ სასწორის თანმხლები ინსტრუქცია. ანალიზური სასწორების მგრძნობიარობა 0,0001 და 0,00001 გ-ის ტოლია. დროდადრო საჭიროა მათი ჩვენების შემოწმება, რაც მარტივ შემთხვევაში შესაძლებელია ზუსტი ნაირწონაკების გამოყენებით.

საშუალო სინჯის აღებასთან ერთად, ანალიზის მნიშვნელოვანი ეტაპია საანალიზო წონაკის აღება. ჩვეულებრივ წონაკის ასაღებად გამოყენებულია საათის მინა. ამ მიზნით ამჯობინებენ ბოლო ნაკვეთილი ნავის ფორმის მინის ნაკეთობის გამოყენებას, საიდანაც სინჯის უდანაკარგო გადატანა ტიგელში უფრო მოხერხებულია. გრავიმეტრიაში წონაკის ოპტიმალური სიდიდე დამოკიდე-

ბულია სინჯში განსასაზღვრავი ნივთიერების საორიენტაციო შემცველობაზე. ნონაკი ან საანალიზო ხსნარი უნდა ავილოთ იმ ვარაუდით, რომ მისი დამუშავებით მიღებული ასანონი ფორმის მასა 1000-ჯერ მაინც აღემატებოდეს სასწორის მგრძობიარობას. მაშინ ანონვის ცდომილება ნაკლები იქნება 0,1 %-ზე. თუ ხსნარში განსასაზღვრავი ნივთიერების კონცენტრაცია დაბალია და საანალიზო მოცულობაში (150-200 მლ) მისი შემცველობა ნაკლებია საჭირო მინიმუმზე, აუცილებელი იქნება სინჯის წინასწარი კონცენტრირება.

გრავიმეტრული ანალიზის ერთ-ერთი რთული ეტაპია მყარი საანალიზო სინჯის დაშლა, მისი გადაყვანა საანალიზო ფორმაში. თუ სინჯი არ იხსნება წყალში ან მჟავებში, მაშინ საჭირო ხდება მისი შეღობა სოდასთან, პოტაშთან, ტუტეებთან და ა.შ. სათანადო მლლობი მითითებულია ანალიზის მეთოდიკაში. ამ მიზნით გამოყენებულია პლატინის ტიგელები. სამუშაოს დაწყების წინ უნდა გავეცნოთ პლატინის ჭურჭელთან მუშაობის წესებს. ტიგელიდან ნაღობის გადატანა ჯამში ტექნიკურად რთული პროცესია. სათანადო რეკომენდაციები აღწერილია 1.5. ქვეთავში.

გრავიმეტრიაში შეცდომის მიზეზი შეიძლება იყოს განსასაზღვრავი ნივთიერების არასრული დალექვა, ან ნალექის დაბინძურება გარეშე ნივთიერებებით თანდალექვის გამო. ამიტომ საჭიროა დამლექავი რეაგენტის ზომიერი სიჭარბე და დალექვის სისრულის შემოწმება. თანდალექვის ხარისხის შემცირების მიზნით განსასაზღვრავი ნივთიერებების გამოლექვა ხდება ცხელი, განზავებული ხსნარებიდან დამლექავი რეაგენტის მცირე ულუფებით, ხსნარის ინტენსიური მორევის პირობებში. ნალექის მარცვლების დამსხვილებისა და მათი ნაწილობრივი გასუფთავების მიზნით კრისტალურ ნალექებს გაფილტვრამდე რამდენიმე საათით აყოვნებენ (უმჯობესია წყლის აბაზანაზე).

ნალექის გამოფილტვრა და გარეცხვა ხანგრძლივი პროცესია. თავდაპირველად უნდა შეირჩეს სათანადო ფილტრი (მჭიდრო, საშუალო თუ ფართო ფორებიანი). ცალკეულ კონკრეტულ შემთხვევაში საჭირო ფილტრი მითითებულია მეთოდიკაში. ზოგ შემთხვე-

ვაში (როდესაც არ არის საჭირო ნალექის გამოწვა) წარმატებით გამოიყენება მინის ფილტრები. პროცესის დაჩქარების მიზნით გაფილტვრას იწყებენ ნალექის დანდომის შემდეგ. თავდაპირველად მცირე ულუფებით ფილტრზე გადააქვთ სუფთა, გამჭვირვალე ხსნარი. შემდეგ ნალექის გარეცხვას იწყებენ ე.წ. დეკანტაციის წესით. ამ მიზნით ნალექს უმატებენ მცირე მოცულობა გამოხდილ წყალს იმ ვარაუდით, რომ მისი მოცულობა არ აღემატებოდეს ძაბრში მოთავსებული ფილტრის მოცულობის $3/4$ -ს, ურევნენ მინის წკირით და დანდომის შემდეგ ფილტრავენ. პროცედურას იმეორებენ რამდენჯერმე ნალექის სრულ გარეცხვამდე, რასაც გვიჩვენებს ფილტრატის უარყოფითი რეაქცია ქლორიდ, სულფატ ან დედახსნარში შემავალ სხვა იონზე. ამის შემდეგ გამოხდილი წყლისა და მინის წკირის დახმარებით იწყებენ ნალექის გადატანას ფილტრზე. თუ ამ გზით არ ხერხდება ჭიქის ფსკერზე ან კედლებზე მიკრული ნაწილაკების გადატანა, მათ ჩამორეცხავენ მინის წკირით და ფილტრის ქაღალდის პატარა ნაჭრით ($2-3 \text{ სმ}^2$).

თუ გაფილტვრის რომელიმე ეტაპზე ფილტრატში შეიმჩნევა სიმღვრივე, ფილტრატს ატარებენ იმავე ფილტრში. ისევ მღვრიე ფილტრატის მიღების შემთხვევაში განსაზღვრას იმეორებენ ახალი წონაკის ან ხსნარის გამოყენებით.

ანალიზის ბოლო ეტაპზე საჭიროა ნალექის თერმული დამუშავება. თავდაპირველად ფილტრიან ძაბრს აშრობენ თერმოსტატში $105-110^{\circ}\text{C}$. სასურველია გაშრობის შემდეგ ფილტრი ოდნავ ტენიანი იყოს. წინააღმდეგ შემთხვევაში შეიძლება ფილტრის ქაღალდი გახდეს მტვრევადი და დაკეცვის დროს ადგილი ჰქონდეს ნალექის დანაკარგს. გამშრალ ფილტრს ათავსებენ წინასწარ გამომწვარ და აწონილ ტიგელში, დგამენ ცივ ელექტროლუმელში, რომლის ტემპერატურა თანდათან აჰყავთ საჭირო სიდიდემდე. ფილტრის დანაცრებამდე, ჰაერის უკეთ მიწოდების მიზნით, რეკომენდებულია ლუმელის კარი იყოს ღია. ამ ტემპერატურაზე ტიგელს აცხელებენ $50-60$ წუთი, აცივებენ ექსიკატორში და წონიან ანალიზურ სასწორზე. ტიგელს ისევ ათავსებენ ელექტროლუმელში $15-20$ წუთით, აცივებენ და ისევ წონიან. ამ პროცედურას იმეორებენ

სანამ ტიგელი არ მიიღებს „მუდმივ წონას“, ე.ი. სხვაობა ბოლო ორ წონას შორის არ იქნება ტოლი ან ნაკლები 0,2 მგ-ზე. თუ ასანონი ფორმა ჰიგროსკოპულია (მაგ., კალციუმის ოქსიდი), მაშინ ექსიკატორში გაცივების შემდეგ ტიგელს ათავსებენ მიხეხილ სახურავიან ანონილ ბიუქსში და ისე წონიან.

ანალიზის შედეგები გამოისახება აბსოლუტური სიდიდეებით ($C_1 - \text{გ, მგ}$), ან მასური წილით ($C_2 - \%$). მათი გათვლა შეიძლება წონაკის, განსასაზღვრავი ნივთიერების და ასანონი ფორმის მოლური მასების გამოყენებით. ამ მიზნით მოხერხებულია გადათვლის გრავიმეტრული კოეფიციენტი (f) სარგებლობა:

$$f = \frac{\text{განსასაზღვრავი ნივთიერების მოლური მასა}}{\text{ასანონი ფორმის მოლური მასა}}$$

$$C = \frac{fg}{G} 100 \%,$$

სადაც g ასანონი ფორმის მასაა, G - წონაკის მასა.

2.2. ნიადაგის ტენიანობის განსაზღვრა

ტენიანობა ნიადაგის ერთ-ერთი მნიშვნელოვანი მახასიათებელია, რომელიც გვიჩვენებს ჰიგროსკოპული წყლის შემცველობას და განსაზღვრავს ნიადაგის აგროეფექტურობას. ტენიანობა ცვლადი სიდიდეა და მოითხოვს სისტემატურ კონტროლს, მისი ცოდნა აუცილებელია სრული ანალიზისა და სხვა კომპონენტების შემცველობის აბსოლუტურ მშრალ მასაზე გადასათვლელად.

ტენიანობის განსაზღვრის არაპირდაპირი მეთოდი მარტივია: ჰაერზე მშრალ სინჯს აშრობენ $105-110^{\circ}\text{C}$ -ზე და მასის დანაკარგით ითვლიან ჰიგროსკოპული წყლის რაოდენობას. მეთოდი არაა სპეციფიკური, რადგან წყალთან ერთად შეიძლება აქროლდეს ზოგიერთი ორგანული ნივთიერება, წარიმართოს დეჰიდრატაციის, დაჟანგვა-აღდგენის და სხვა პროცესები, რომლებიც შეიძლება შეცდომის წყარო გახდეს. აღნიშნული მიზეზებით გამოწვეული შეც-

დომა უმნიშვნელოა, მეთოდი რეკომენდებულია საერთაშორისო სტანდარტით (ISO 11465) და პრაქტიკაში ფართოდ არის გამოყენებული. საჭიროების შემთხვევაში სარგებლობენ ტენიანობის განსაზღვრის პირდაპირი მეთოდით – სინჯიდან გადადენილ წყალს იჭერენ წინასწარ აწონილი დამჭერით, რომელშიც მოთავსებულია წყლის მმთანთქმელი ნივთიერება (P_2O_5 , $Mg(ClO_4)_2$ და სხვა).

ქვემოთ აღწერილი მეთოდით შეიძლება განისაზღვროს ქანების, საამშენებლო მასალების, მცენარეული ობიექტების და სხვათა ტენიანობა, აგრეთვე კრისტალჰიდრატებში წყლის შემცველობა.

ანალიზის მსვლელობა. მექანიკური მინარევებისგან გასუფთავებული, კარგად გაფხვიერებული, ჰაერზე მშრალი ნიადაგის სინჯიდან ანალიზურ სასწორზე აღებულ 3-5 გ წონაკს ათავსებენ თერმოსტატში გამომშრალ და აწონილ ბიუქსში. თავლია ბიუქსს 2-3 საათით ათავსებენ თერმოსტატში, რომლის ტემპერატურა უნდა იყოს $105-110^{\circ}C$ ფარგლებში. ექსიკატორში გაცივების შემდეგ თავდახურულ ბიუქსს წონიან და 20-25 წუთით ისევ ათავსებენ თერმოსტატში. სინჯის გამოშრობას აგრძელებენ მანამ, სანამ არ მიიღწევა „მუდმივი“ წონა.

ნიადაგის ტენიანობას (W %) ანგარიშობენ ფორმულით:

$$W\% = \frac{g_1 - g_2}{g_1 - g_0} \cdot 100$$

სადაც g_0 – ცარიელი ბიუქსის წონაა სახურავით, g_1 – ბიუქსის წონა ტენიანი სინჯით, g_2 – ბიუქსის წონა გამომშრალი სინჯით.

2.3. სულფატების განსაზღვრა

სულფატების გრავიმეტრული განსაზღვრა დაფუძნებულია მის დალექვაზე ბარიუმის იონით. დასაღეკი და ასაწონი ფორმებია $BaSO_4$. $BaSO_4$ -ის ხსნადობის ნამრავლი $L=10^{-10}$, მოლური ხსნადობა $S = 10^{-5}$, რაც 10-ჯერ აღემატება თეორიულად დასაშვებ სიდიდეს. ამიტომ სრული დალექვის მისაღწევად საჭიროა დამლექა-

ვი რეაქტივის გარკვეული სიჭარბე. მეთოდი სპეციფიკურია, რადგან დასალექი ფორმის გამოყოფა ხდება სუსტ მჟავა გარემოში, ამიტომ განსაზღვრას ხელს არ უშლის კარბონატები, სულფიტები და სხვა ანიონები.

გრავიმეტრული მეთოდი რეკომენდებულია საერთაშორისო სტანდარტად ბუნებრივ და ჩამდინარე წყლებში, აგრეთვე ნიადაგებში სულფატების განსაზღვრისათვის (ISO 9280). ამ მეთოდით შეიძლება განისაზღვროს გოგირდის სხვა ფორმებიც (სულფიტები, პირიტული, სულფიდური, ორგანული და სხვა) მათი წინასწარი დაჟანგვის შემდეგ. ამავე სქემით ისაზღვრება ბარიუმის იონიც განზავებული გოგირდმჟავით დალექვის შემდეგ.

ბარიუმის სულფატი კრისტალური ნალექია. ამიტომ რეკომენდებულ პირობებში ილექება საკმაოდ სუფთა სახით. თუ ნალექის გამოყოფა ხდება რთული შედგენილობის ხსნარიდან მისი დაბინძურება მოსალოდნელია თანდალექვის გამო. ასეთ შემთხვევაში შესაძლებელია ნალექის გახსნა კომპლექსონის ტუტე ხსნარში, რომლის შემჟავების შემდეგ ბარიუმის სულფატი გამოიყოფა სუფთა სახით.

გამოყენებული რეაქტივები:

1. BaCl_2 - ის 5 %-იანი ხსნარი;
2. 1:5 განზავებული HCl ;
3. მეთილნარინჯის 1 %-იანი წყალხსნარი;
4. AgNO_3 -ის 1 %-იანი წყალხსნარი.

ანალიზის მსვლელობა. საანალიზო ხსნარს აზავებენ 150-200 მლ-მდე, მარილმჟავით ქმნიან სუსტ მჟავა არეს (ინდიკატორი მეთილნარინჯი) და ელექტროქურაზე აცხელებენ ადუღებამდე. სულფატ-იონებს ლექავენ წინასწარ გაცხელებული 10-15 მლ ბარიუმის ქლორიდის ხსნარით. საანალიზო ხსნარს დამლექავი რეაგენტი ემატება წვეთობით მინის წკირით ინტენსიური მორევის პირობებში. სრული დალექვის შემონმების მიზნით, ნალექის დაწდომის შემდეგ ჭიქაში შეაქვთ რამდენიმე წვეთი დამლექავი რეაგენტი. საანალიზო ხსნარში, სიმღვრივის წარმოქმნის შემთხვევაში, სულ-

ფატიონის დალექვას აგრძელებენ ზემოთ აღწერილი წესით დამლექავი რეაგენტის ახალი ულუფით. ნალექის „მომწიფების“ მიზნით ხსნარ-ნალექს რამდენიმე საათით ათავსებენ მდულარე წყლის აბაზანაზე, ანდა 24 საათით ტოვებენ ოთახის ტემპერატურაზე.

ბარიუმის სულფატის ნალექის გაფილტვრა რეკომენდებულია ნვრილფორებიან ქალაღდის ფილტრში. გაფილტვრის დაჩქარების მიზნით ფილტრზე თავდაპირველად ულუფობით გადააქვთ ხსნარი. შემდეგ ნალექს უმატებენ 15-20 მლ გამობდილ წყალს, ურევენ და ნალექის დანდომის შემდეგ აგრძელებენ გაფილტვრას. პროცედურას იმეორებენ 5-6-ჯერ. ამის შემდეგ მცირე ულუფა გამობდილი წყლის დამატების შემდეგ იწყებენ ნალექის თანდათანობით უდანაკარგოდ გადატანას ფილტრზე. თუ წყლისა და მინის წკირის გამოყენებით არ ხერხდება ჭიქის კედლებზე მიკრული ნალექის ნანილაკების გადატანა, ჭიქაში შეაქვთ ფილტრის ქალაღდის პატარა ნაჭერი, რომლითაც ასუფთავებენ ჭიქის კედლებს და ხსნართან ერთად ისეც გადააქვთ ფილტრზე. ფილტრზე გადატანილ ნალექს რამდენჯერმე ჩარეცხავენ გამობდილი წყლით. ნალექის სისუფთავის მაჩვენებელია ფილტრატის უარყოფითი რეაქცია ქლორიდ იონზე (სინჯი ვერცხლის ნიტრატით).

ძაბრში მოთავსებულ ნალექიან ფილტრს დაახლოებით ნახევარი საათით ათავსებენ თერმოსტატში 105-110°C ტემპერატურაზე, შემდეგ კი წინასწარ მუდმივ წონაზე მიყვანილ ტიგელში. ტიგელში მოთავსების წინ ფილტრს ისე კეცავენ, რომ გამოირიცხოს ნალექის დანაკარგი.

ფილტრიან ტიგელს ათავსებენ ელექტროღუმელში, რომლის ტემპერატურა თანდათან აჰყავთ 850-900°C-მდე. თავდაპირველად, ჰაერის ნაკადის უკეთ მიწოდების მიზნით, ღუმელის კარს ტოვებენ ღიად. ფილტრის დანახშირების შემდეგ კარები იხურება და ტიგელის გამონვა გრძელდება 1-1,5 საათის განმავლობაში. ექსიკატორში გაცივების შემდეგ ტიგელს წონიან და ისეც ათავსებენ ღუმელში დაახლოებით ნახევარი საათით. პროცედურას იმეორებენ მანამ, სანამ ტიგელის ბოლო ორ წონას შორის სხვაობა არ იქნება ტოლი ან ნაკლები 0,2 მგ.

განგარიშება. ანალიზის შედეგი გამოითვლება ფორმულით:

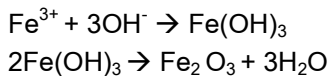
$$SO_4^{2-} = (g_2 - g_1) \cdot 0,4116,$$

სადაც g_1 ცარიელი ტიგელის წონაა, ხოლო g_2 – ტიგელის წონა ნალექით. 0,4116 ასანონი ფორმის სულფატიონზე გადასათვლელი კოეფიციენტი.

სასმელ წყლებში სულფატების განსაზღვრის საერთაშორისო სტანდარტული მეთოდით (ISO) რეკომენდებულია ნალექის გაფილტვრა წინასწარ გამომშრალ და ანონილ მჭიდრო ფორებიან მინის ფილტრში და ნალექის გამოშრობა 105-110°C.

2.4. რკინის (III) განსაზღვრა

რკინის გრავიმეტრული განსაზღვრისათვის რკინა (III) ილექება ჰიდროქსიდის სახით, რომლის თერმული დამუშავებით ლებუნლობენ ასანონ ფორმას Fe_2O_3 :



მეთოდი არ არის სპეციფიკური, რკინასთან ერთად შეიძლება დაილექოს ალუმინი, ტიტანი, ქრომი და სხვა კატიონები. ამიტომ საჭიროა მათი წინასწარი მოცილება, ანდა რკინის დალექვა მკაცრად განსაზღვრულ pH-ზე (4-4,5). რკინის (III) ჰიდროქსიდი ძალზე მცირედხსნადია ($L = 10^{-36}$, $S = 10^{-9}$), ამიტომ ნალექის ხსნადობის შემცირება ხსნარის გაციებით, ან დამლექავი რეაგენტის სიჭარბით საჭირო არ არის.

რკინის გრავიმეტრული განსაზღვრისას შეცდომის წყარო შეიძლება იყოს ასანონი ფორმის ნაწილობრივი აღდგენა ნახშირბადის (II) ოქსიდით (წყარო ფილტრის ქაღალდი), ან მისი თერმული დისოციაცია მაღალ ტემპერატურაზე (>1000°C). წარმოქმნილ Fe_3O_4 -ს Fe_2O_3 -გან განსხვავებით აქვს რუხი ფერი და მაგნიტური თვისებები. ასეთ შემთხვევაში, გაციებულ ასანონ ფორმას შეასველებენ კონცენტრირებული აზოტის მჟავით და ისევ გამოწვავენ (ამწოვი კარადა). შემცირებული შედეგის მიღების მიზეზი შეიძლე-

ბა გახდეს ნალექიდან ქლორიდ იონების არასრული გამორეცხვა, რადგან FeCl_3 ადვილად აქროლადი ნაერთია (აქროლების ტემპერატურა 317°C).

გრავიმეტრული მეთოდი გამოყენებულია რკინის მადნებში, შენადნობებში, ნიადაგში (ლატერიტები), ტრავერტინებში და რკინით მდიდარ სხვა ობიექტებში რკინის განსაზღვრისათვის. ამავე მეთოდით შეიძლება რკინა (II)-ის განსაზღვრა აზოტის მჟავით დაჟანგვის შემდეგ.

გამოყენებული რეაქტივები:

1. 1:1 განზავებული HCl ;
2. კონცენტრირებული HNO_3 ;
3. 1:1 განზავებული NH_4OH ;
4. 1 %-იანი AgNO_3 .

ანალიზის მსვლელობა. 50-100 მლ საანალიზო ხსნარს ამჟავებენ მარილმჟავით (ინდიკატორი მეთილნარინჯი), უმატებენ 0,5-1 მლ აზოტის მჟავას და ელექტროქურაზე აცხელებენ ადუღებამდე. ცხელ ხსნარს მცირე ულუფობით უმატებენ ამონიუმის ტუტეს ამიაკის სუსტი სუნის წარმოქმნამდე. ხსნარ-ნალექს ანზავებენ 50-60 მლ ცხელი წყლით, ურევენ და ნალექის დაწდომის შემდეგ დეკანტაციის წესით ფილტრავენ ფართო ფორებიან ფილტრში (წითელი ლენტი). ფილტრზე ჯერ დედა ხსნარის, შემდეგ კი ნალექის გადატანის შემდეგ ჭიქას 5-6-ჯერ რეცხავენ ცხელი გამოხდილი წყლის მცირე ულუფებით. საჭიროების შემთხვევაში ჭიქის კედლებზე მიკრულ ნალექს აცილებენ ფილტრის ქალაღის ნაჭრით. ნალექის გარეცხვის სისრულეს ამონებენ ბოლო ფილტრატში ქლორიდ-იონის არსებობით. თერმოსტატში $105-110^\circ\text{C}$ -ზე გამომშრალ ფილტრს ათავსებენ წინასწარ აწონილ ტიგელში, რომელსაც დგამენ ცივ ელექტროლუმელში. ლუმელის ტემპერატურა აპყავთ $900-950^\circ\text{C}$ -მდე. ფილტრის ქალაღის დანაცრებამდე ლუმელის კარს არ ხურავენ. 40-50 წუთის შემდეგ ექსიკატორში გაციებულ ტიგელს წონიან და ისევ აცხელებენ 15-20 წუთით. პროცედურას იმეორებენ ტიგელის მუდმივი წონის მიღებამდე. ასაწონი

ფორმის (Fe_2O_3) გადათვლა რკინაზე ხდება სათანადო კოეფიციენტის გამოყენებით ($f = 0,6994$).

2.5. სილიციუმის განსაზღვრა სილიკატებში

სილიკატები – ბუნებაში ყველაზე გავრცელებული ნაერთები, სილიციუმის და პოლისილიციუმის მჟავების ნანარმებია. წყალში და მჟავებში მათი პრაქტიკულად უხსნადობის გამო, საანალიზო ფორმაში გადაყვანის მიზნით საჭიროა მათი შელღობა სოდასთან, ტუტეებთან ან სხვა მლღობებთან.

სილიციუმის გრავიმეტრული განსაზღვრა სპეციფიკური მეთოდია, რომელიც დაფუძნებულია მის გამოლექვაზე სილიციუმის მჟავის სახით, რომლის თერმული დამუშავებით მიიღება სილიციუმის დიოქსიდი. შეცდომის მიზეზი შეიძლება იყოს ნალექის დაბინძურება თანდალექვის გამო და ასაწონი ფორმის არასრული დეჰიდრატაცია.

მყარი საანალიზო ნივთიერებების, მათ შორის სილიკატების, ანალიზის ერთ-ერთი საპასუხისმგებლო ეტაპი არის საანალიზო სინჯის აღება. რაც უფრო არაერთგვაროვანი და მსხვილმარცვლოვანია ობიექტი, მით უფრო რთულია საშუალო სინჯის აღება. ამიტომ ზუსტად უნდა დავიცვათ სტანდარტული მეთოდებით რეკომენდებული მოთხოვნები.

სილიციუმის გრავიმეტრული განსაზღვრის მეთოდი გამოყენებულია ქანების, ნიადაგების, ცემენტის, მინის და სხვა ობიექტების მაკროქიმიური შედგენილობის დასადგენად.

სილიკატის ანალიზის შედეგები გამოსახება შესაბამისი ოქსიდების მასური წილით, რაც საშუალებას იძლევა სრული ანალიზის შემთხვევაში შევაფასოთ ანალიზის სისწორე (კომპონენტების ჯამი 100-ის ტოლი უნდა იყოს).

გამოყენებული რეაქტივები:

1. უწყლო Na_2CO_3 ;
2. კონცენტრირებული HCl ;
3. 1:1 განზავებული HCl ;

4. კონცენტრირებული HF;
5. კონცენტრირებული H₂SO₄.

ანალიზის მსვლელობა. ფაიფურის ან აქატის როდინში კარგად გაფხვიერებული და თერმოსტატში 105-110°C გამომშრალი სინჯიდან იღებენ 0,8–1 გრამ წონაკს. ტექნიკურ სასწორზე წონიან 5 გ სოდას, რომლის მცირე ულუფით (დაახლოებით 0,5 გ) ფარავენ პლატინის ტიგელის ფსკერს. ტიგელში უდანაკარგოდ გადააქვთ წონაკი, უმატებენ დაახლოებით 3-3,5 გ სოდას და მშრალი მინის წკირით კარგად ურევენ ერთგვაროვანი მასის მიღწევამდე. დარჩენილი სოდით ფარავენ ტიგელში მოთავსებულ ნარევს. ტიგელს ახურავენ სახურავს და ათავსებენ ლუმელში, რომლის ტემპერატურა აწყავთ 900-950°C-მდე (ამ მიზნით შესასძლებელია გაზის ნათურის გამოყენებაც). შეღებობის პროცესი დამთავრებულად ითვლება როდესაც შეწყდება აირის ბუშტუკების გამოყოფა, წარმოიქმნება ერთგვაროვანი ნალღობი, რომელშიც არ შეიმჩნევა მყარი ნაწილაკები.

ფაიფურის ტიგელიდან ნალღობის უდანაკარგოდ გადმოტანის მიზნით რეკომენდებულია ბრუნვითი მოძრაობით გამლვალი მასის თანაბრად განაწილება ტიგელის კედლებზე. გაცივების შემდეგ ნალღობი იბზარება და ადვილად ცილდება ტიგელის კედლებს. თუ ასე არ მოხდა, ტიგელში ასხამენ ცხელ წყალს და ზომიერად აცხელებენ ელექტროქურაზე. საჭიროების შემთხვევაში წყლით გამორეცხვის პროცედურას იმეორებენ. თუ ტიგელში მაინც დარჩება ნალღობი ტიგელს ათავსებენ 250-300 მლ ფაიფურის ჯამში, რომელსაც ფარავენ საათის მინით და ულუფობით უმატებენ კონცენტრირებულ მარილმჟავას აშკარა მჟავე რეაქციამდე. განზავებული მჟავით უნდა ჩაირეცხოს ტიგელის სახურავიც. ფაიფურის ჯამს ათავსებენ წყლის აბაზანაზე და აშრობენ მშრალ ნაშთამდე (ამწოვი კარადა). მიღებულ მშრალ ნაშთს გულდასმით გასრესენ ბოლომომრგვალებული მინის წკირით, შეასველებენ კონცენტრირებული მარილმჟავით და ისევ აშრობენ წყლის აბაზანაზე. პროცედურას იმეორებენ 2-ჯერ. გამომშრალ ნაშთს ისევ აფ-

ხვიერებენ და ზომიერად აცხელებენ ელექტროქურაზე. გაცივების შემდეგ ჯამში შეაქვთ 5-10 მლ კონცენტრირებული მარილმჟავა და უმატებენ 50 მლ წყალს და ისევ აცხელებენ წყლის აბაზანაზე. ნალექს გაფილტრავენ საშუალო ზომის ფორებიან ფილტრში, რეცხავენ 1:20 განზავებული მარილმჟავით, ამოიბრუნებენ თერმოსტატში და წვავენ ელექტროლუმელში 900-950°C-ზე. სილიკატის სრული ანალიზის შემთხვევაში ფილტრატს აგროვებენ 200-250 მლ საზომ კოლბაში.

გამოყოფილი სილიციუმის მჟავა და მისგან მიღებული ასანონი ფორმა 1 %-მდე მინარევებს შეიცავს. ზუსტი შედეგის მისაღებად პლატინის ტიგელში მოთავსებულ ნალექს შეასველებენ წყლით, უმატებენ 2-3 წვეთ კონცენტრირებულ გოგირდის მჟავას, 5-6 მლ ფთორწყალბადმჟავას და ელექტროქურაზე ზომიერად აცხელებენ ამოშრობამდე. ტიგელს აცხელებენ ელექტროლუმელში 20-25 წუთით, აციებენ და წონიან. მიღებული ნაშთი გვიჩვენებს მინარევების რაოდენობას და სათანადო შესწორება უნდა შევიტანოთ ადრე მიღებულ შედეგში.

2.6. საერთო გოგირდის განსაზღვრა ქვანახშირში

ქვანახშირში გოგირდი შეიძლება იყოს სულფატური, სულფიდური, პირიტული, ორგანული და სხვა სახით. მისი შემცველობა ფართო ზღვრებში იცვლება, ჩვეულებრივ კი 1-3%-ის ფარგლებშია. გოგირდი ქვანახშირის არასასურველი მინარევია, რადგან წვის პროცესში წარმოიქმნება გოგირდის დიოქსიდი, რომელიც მჟავა წვიმების მთავარი გენერატორია. ნორმირებულია გოგირდის შემცველობა ქვანახშირიდან მიღებულ კოქსშიც. ამიტომ ქვანახშირში გოგირდის თანაობა მისი ხარისხის განმსაზღვრელი და, ამავე დროს, ლიმიტირებულია.

მეთოდის პრინციპი. მეთოდი დაფუძნებულია გოგირდის აღდგენილი ფორმების დაჟანგვაზე 900-950°C-ზე სოდისა და მაგნიუმის ოქსიდის (ეშკას ნარევი) თანაობისას და წარმოქმნილი სულფატების გრავიმეტრულ განსაზღვრაზე. მეთოდის გამოყენე-

ბა შესაძლებელია საწვავ ფიქლებში, გუდრონში და სხვა არააქროლად ნახშირწყალბადებში გოგირდის განსასაზღვრად.

გამოყენებული რეაქტივები:

1. ერთი წილი უწყლო Na_2CO_3 -ის და ერთი წილი MgO -ის ნარევი;
2. 10 %-იანი HCl ;
3. 5 %-იანი BaCl_2 ;
4. 1 %-იანი AgNO_3 ;
5. მეთილნარინჯის 1 %-იანი წყალხსნარი.

ანალიზის მსვლელობა. თუ საანალიზო სინჯში გოგირდის სავარაუდო შემცველობა ნაკლებია 3-4%-ზე საანალიზოდ იღებენ კარგად გაფხვიერებული ქვანახშირის 1 გ წონაკს. თუ სინჯში მოსალოდნელია გოგირდის მეტი შემცველობა წონაკის მასა მცირდება 0,5 გრამამდე. ანალიზურ სასწორზე აწონილი სინჯი უდანაკარგოდ გადააქვთ 20-30 მლ მოცულობის პლატინის ან ფაიფურის ტიგელში, უმატებენ 2,0 გ ეშკას ნარევის და მშრალი მინის წკირით კარგად ურევენ. მიღებულ ერთგვაროვან მასას ზემოდან ფარავენ ერთი გრამი ეშკას ნარევით, ათავსებენ ცივ ელექტროლუმელში, რომლის ტემპერატურა თანდათან აჰყავთ $900-950^\circ\text{C}$ -მდე. 1-1,5 საათის შემდეგ ტიგელს აცივებენ და თუ ნარევი შიშიმწნევა შავი ფერის ნაწილაკები, ტიგელს დამატებით აცხელებენ 1-1,5 საათით. მიღებული ნარევი გადააქვთ 250-300 მლ მოცულობის ჭიქაში. თუ წკირის გამოყენებით არ ხერხდება ტიგელის კედლებზე მიკრული ნაწილაკების სრულად მოცილება, ტიგელსაც ათავსებენ ჭიქაში, უმატებენ 100-120 მლ ცხელ გამოხდილ წყალს და აცხელებენ ადულეზამდე. გაცივების შემდეგ ხსნარს გაფილტრავენ (თეთრზოლიანი ფილტრი), ჭიქაში დარჩენილ ნალექს ისევ უმატებენ 50-60 მლ ცხელ დისტილატს, კარგად ურევენ მინის წკირით და ჩაფილტრავენ იმავე ფილტრში. ფილტრატს ანეიტრალეზენ მარილმჟავით (ინდიკატორი მეთილნარინჯი), აცხელებენ და სულფატ-იონებს ლექავენ 8-10 მლ ცხელი ბარიუმის ქლორიდის ხსნარით. ანალიზის შემდგომი მსვლელობა აღწერილია 2.3 ქვეთავში. ანალიზის შედეგის გაანგარიშება შეიძლება ფორმულით:

$$S \% = \frac{g \cdot 0,1373 \cdot 100}{G},$$

სადაც G და g საანალიზო წონაკის და მიღებული ბარიუმის სულფატის მასებია გ-ით, $0,1373$ კი ასაწონი ფორმის გოგირდზე გადასათვლელი გრაფიმეტრული კოეფიციენტი.

სასურველია საკონტროლო ცდის ჩატარება გამოყენებული რეაქტივების სისუფთავის შესამოწმებლად. დადებითი შედეგის მიღების შემთხვევაში კი სათანადო შესწორების შეტანა მიღებულ შედეგში.

III. ანალიზის მოცულობითი მეთოდი

3.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო. საიმედო შედეგის მიღების წინაპირობა. მუშაობის ტექნიკა

ანალიზის მოცულობითი (ტიტრიმეტრული) მეთოდი მარტივი, ზუსტი, საკმაოდ მგრძობიარე და ფართო სამუშაო დიაპაზონის მქონე დარგია. ამიტომ ტიტრიმეტრულ ანალიზს ანალიზური ქიმიის პრაქტიკაში დღემდე ერთ-ერთი წამყვანი ადგილი უკავია. მეთოდს საფუძვლად უდევს ქიმიური რეაქცია განსასაზღვრავ ნივთიერებასა და ცნობილი კონცენტრაციის მქონე ხსნარს (სამუშაო ხსნარი) შორის. რეაქციაში დახარჯული სამუშაო ხსნარის მოცულობის მიხედვით ანგარიშობენ განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობას.

მოცულობითი მეთოდით ისაზღვრება ფუძე და მჟავური ბუნების, მჟანგავი და აღმდგენელი, კომპლექსნარმომქნელი და ნალექნარმომქნელი ნივთიერებები. არაპირდაპირი გზით შესაძლებელია ანიონების, ორგანული ნაერთების და სხვა მრავალი ნივთიერების განსაზღვრაც.

საიმედო შედეგის მისაღებად აუცილებელია ზუსტად განისაზღვროს:

1. სამუშაო ხსნარის კონცენტრაცია;
2. ხსნარების მოცულობები;
3. რეაქციის დამთავრების წერტილი (ეკვივალენტობის წერტილი).

მოცულობით მეთოდში საანალიზო ხსნარს ათავსებენ კონუსისებურ კოლბაში, უმატებენ ინდიკატორს და ტიტრავენ. თავდაპირველად საანალიზო ხსნარს ბიურეტიდან სამუშაო ხსნარი ემატება მცირე ულუფობით, ეკვივალენტობის წერტილის სიახლოვეს კი წვეთობით. ბიურეტზე აითვლიან დახარჯული ხსნარის მოცულობას და ანგარიშობენ განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობას.

პირდაპირი გატიტვრის შემთხვევაში განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობა (g) იანგარიშება ფორმულით:

$$g = N \cdot V \cdot m \text{ მგ}$$

სადაც N და V სამუშაო ხსნარის ნორმალობა და მოცულობაა, m – განსასაზღვრავი ნივთიერების მოლექვივალენტი.

ზოგჯერ მიმართავენ ე. წ. უკუგატიტვრის მეთოდს: საანალიზო ხსნარს ქარბად, განსაზღვრული რაოდენობით უმატებენ სამუშაო ხსნარს, რომლის სიჭარბეს უკუტიტრავენ სხვა სამუშაო ხსნარით. ამ შემთხვევაში განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობის გაანგარიშება ხდება ფორმულით:

$$g = (NV - N_1V_1) \cdot m \text{ მგ,}$$

სადაც N და V წინასწარ დამატებული ხსნარის ნორმალობა და მოცულობაა, N_1 და V_1 – უკუგატიტვრაზე დახარჯული ხსნარის შესაბამისი სიდიდეები.

ექვივალენტობის ნერტილის დადგენა შეიძლება ხსნარის ფიზიკურ-ქიმიური პარამეტრების (pH , დაჟანგვა-აღდგენის პოტენციალი, ელგამტარობა და სხვა) მეთოდებითაც. შესაძლებელია გატიტვრის პროცესის ავტომატიზაცია და დისტანციური მართვა.

ზემოთ ჩამოთვლილი წინაპირობების დარღვევის გარდა ტიტრირებულ ანალიზში შეცდომის წყარო შეიძლება იყოს ტემპერატურის ცვალებადობა, ჩამოდინების, წვეთის შეცდომა და სხვა.

თუ ლაბორატორიაში ჰაერის ტემპერატურა განსხვავდება საზომი ჭურჭლების (პიპეტი, ბიურეტი და სხვა) დაკალიბრების ტემპერატურისაგან 2-3 და მეტი გრადუსით, მათი ჩვენება არ იქნება ზუსტი, რადგან მინის და ხსნარების გაფართოების კოეფიციენტები განსხვავებულია. შეცდომის აცილება შესაძლებელია ლაბორატორიაში ჰაერის ტემპერატურის დარეგულირებით, ანდა საზომი ჭურჭლის დაკალიბრებით სხვადასხვა ტემპერატურაზე.

ბიურეტის ზომის (დიამეტრის) და გატიტვრის ტემპის მიხედვით ბიურეტის კედლებზე რჩება სამუშაო ხსნარის რაღაც ნაწილი. ცდომილების შემცირება შეიძლება გატიტვრის ნელი, სტაბილური

ტემპის დაცვით. ცხადია ბიურეტი გულდასმით უნდა იყოს გარეცხილი ყველა შესაძლო წესით.

არასწორი შედეგის მიღების მიზეზი შეიძლება იყოს ე. წ. წვეთის შეცდომა. საანალიზო ხსნარს ტიტრანტი ემატება წვეთობით. შეიძლება ბოლოს წინა წვეთი არ იყოს საკმარისი ეკვივალენტობის წერტილის მისაღწევად, მომდევნომ კი შესაძლოა უმნიშვნელოდ, მაგრამ მაინც, გადატიტროს საანალიზო ხსნარი. წვეთის შეცდომა ფარდობითი სიდიდეა და მისი შემცირება შეიძლება ბიურეტიდან ჩამოდენილი წვეთის მოცულობის შემცირებით, ტიტრანტის განზავებული ხსნარის გამოყენებით და გატიტვრაზე დახარჯული ხსნარის მოცულობის გაზრდით.

3.2. ხსნარების კონცენტრაციის გამოსახვის ხერხები

ხსნარების კონცენტრაცია გვიჩვენებს გახსნილი ნივთიერების რაოდენობას ხსნარის წონით ან მოცულობით ერთეულში. იმის მიხედვით, თუ რა ერთეულებშია გამოსახული გამხსნელის, ხსნარის ან გახსნილი ნივთიერებების რაოდენობები, არჩევენ კონცენტრაციის გამოსახვის ცალკეულ სახეობებს. ანალიზურ ქიმიაში ხსნარების კონცენტრაციების გამოსახვა მოხერხებულია ნორმალობით (N), მოლობით (M) და ტიტრით (T).

ხსნარის ნორმალობა გვიჩვენებს გახსნილი ნივთიერების მოლექვივალენტების რაოდენობას ერთ ლიტრ ხსნარში.

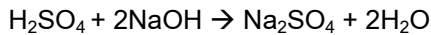
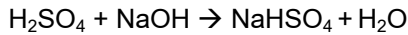
ხსნარის მოლური კონცენტრაცია გვიჩვენებს გახსნილი ნივთიერების მოლების რაოდენობას ერთ ლიტრ ხსნარში.

ტიტრი გვიჩვენებს გახსნილი ნივთიერების გრამების რაოდენობას ერთ მილილიტრ ხსნარში.

მოლექვივალენტი (m) ნივთიერების რაოდენობაა, რომელიც უნაშთოდ შედის რეაქციაში ერთვალენტიანი ელემენტის გრამ-ატომთან, გრამ-იონთან, მოცემულ რეაქციაში შეესაბამება ერთ ელექტრონულ მუხტს.

მოლექვივალენტის გასათვლელად ელემენტის ფარდობითი ატომური მასა უნდა გავყოთ შესაბამის ვალენტობაზე. მყავების და ფუძეების შემთხვევაში ფარდობითი მოლექულური მასა იყოფა

რეაქციაში შესულ წყალბად- ან ჰიდროქსიდ იონების რიცხვზე. და-
 უნგვა-ალდგენის რეაქციაში მონაწილე ნივთიერების მოლეკვივა-
 ლენტი მოლური მასის და მის მიერ გაცემული, ან შექენილი ელექ-
 ტრონების ფარდობის ტოლია. მხედველობაში უნდა მივილოთ,
 რომ მოლისაგან განსხვავებით მოლეკვივალენტი ცვლადი სიდი-
 დეა. მაგალითად, რეაქციებში



გოგირდმუავას მოლეკვივალენტი შესაბამისად Mr-ის და Mr-ის
 ნახევრის ტოლია.

ხსნარების კონცენტრაციის გამოსახვა ნორმალობით მოხერ-
 ხებულია, რადგან სხვადასხვა ნივთიერებების მოლეკვივალენტები
 ერთმანეთთან უნაშთოდ შედიან რეაქციაში, რაც მოცულობით
 ანალიზში აადვილებს გამოთვლებს.

დამხმარე ხსნარების კონცენტრაციებს, ჩვეულებრივ, გამოსა-
 ხავენ მასური წილით, რომელიც კონკრეტულ შემთხვევაში გვიჩ-
 ვენებს გახსნილი ნივთიერების გრამების რაოდენობას 100 გრამ
 ხსნარში.

კონცენტრაციის გამოსახვის ერთი ხერხიდან მეორეზე გადა-
 სვლა შესაძლებელია მარტივი გადათვლით, ან სათანადო ფორმუ-
 ლების გამოყენებით:

$$N = \frac{M \cdot Mr}{m} \quad N = \frac{T \cdot 1000}{m} \quad M = \frac{N \cdot m}{Mr} \quad M = \frac{T \cdot 1000}{Mr} \quad T = \frac{N \cdot m}{1000} \quad T = \frac{M \cdot Mr}{1000}$$

3.3. სტანდარტული და სამუშაო ხსნარები

ცნობილი კონცენტრაციის ხსნარის მომზადების ყველაზე
 მარტივი და საიმედო გზაა ზუსტი წონაკის გახსნა განსაზღვრულ
 მოცულობა გამხსნელში. მეთოდს აქვს შეზღუდვა – ნივთიერება
 უნდა იყოს სუფთა, უნდა ჰქონდეს მკაცრად განსაზღვრული შედ-
 გენილობა, რომელსაც არ უნდა იცვლებოდეს გახსნილ მდგომარე-
 ობაში. ასეთ ნივთიერებებს სტანდარტულ ნივთიერებებს უწოდე-

ბენ, მათგან მომზადებულ ხსნარებს კი სტანდარტულ ხსნარებს. სტანდარტული ხსნარების ძირითადი დანიშნულებაა სამუშაო ხსნარების კონცენტრაციის დადგენა (სტანდარტიზაცია). მათი როლი ანალიზის მოცულობით მეთოდში გრავიმეტრიაში ნაირნონაკების ანალიზშია.

მოცულობითი ანალიზის პრაქტიკაში ბევრი ისეთი ნივთიერების ხსნარია გამოყენებული, რომლებიც ვერ აკმაყოფილებენ სტანდარტული ნივთიერებებისადმი ნაყენებულ მოთხოვნებს (მჟავები, ტუტეები, კალიუმის პერმანგანატი და სხვა). მათგან, ჩვეულებრივ, ამზადებენ მიახლოებით საჭირო კონცენტრაციის ხსნარს და სტანდარტული ხსნარით ადგენენ მის ზუსტ კონცენტრაციას. ამ მიზნით პიპეტით იღებენ 20,0 ან 25,0 მლ სტანდარტულ ხსნარს, ათავსებენ სატიტრავ კოლბაში, საჭიროების შემთხვევაში ანზავენ ბენ და ინდიკატორის თანაობისას ტიტრავენ სამუშაო ხსნარით (ან პირიქით). გატიტრვის პროცესს იმეორებენ თანმთხვევადი შედეგის მიღებამდე (სხვაობა ბოლო ორ შედეგს შორის ტოლი, ან ნაკლები უნდა იყოს ბიურეტის ჩვენებაზე – 0,1 მლ-ზე). მიღებული შედეგით ანგარიშობენ სამუშაო ხსნარის ნორმალობას:

$$NV = N_{სტ} V_{სტ}, \text{ საიდანაც} \quad N = \frac{N_{სტ} \cdot V_{სტ}}{V}$$

სამუშაო ხსნარის სტანდარტიზაცია შესაძლებელია სტანდარტული ნივთიერების წონაკითაც. ამ მიზნით ანალიზურ სასწორზე წონიან სტანდარტული ნივთიერების მოლეკუვალენტის 1/300 – 1/500 ნაწილს (იმ ვარაუდით, რომ მის გატიტრვაზე დაიხარჯოს 0,1 ნორმალობის მქონე სამუშაო ხსნარის 15-20 მლ). წონაკს ხსნიან 40 – 50 მლ გამობდილ წყალში და სათანადო წესების დაცვით ტიტრავენ. შემთხვევითი შეცდომის გამორიცხვის მიზნით ატარებენ 2-3 პარალელურ განსაზღვრას. სამუშაო ხსნარის ნორმალობა იანგარიშება ფორმულით:

$$N = \frac{1000g}{mV}$$

სადაც g ალბუმი ნონაკის მასაა გ-ით, m – სტანდარტული ნივთიერების მოლეკუვალენტი, ხოლო V – გატიტრაზე დახარჯული სამუშაო ხსნარის მოცულობა (მლ-ით).

მეთოდი შრომატევადია, მაგრამ იძლევა საიმედო შედეგებს. მისი გამოყენება მიზანშეწონილია, როდესაც საჭიროა სამუშაო ხსნარის ერთჯერადი სტანდარტიზაცია, ან თუ უნდათ გამორიცხოთ საზომი ჭურჭლით (პიპეტი, საზომი კოლბა) გამოწვეული ცდომილება, ამასთან იზოგება სტანდარტული ნივთიერება.

სტანდარტული და სამუშაო ხსნარების მომზადების გაადვილების მიზნით გამოყენებულია ფიქსანალები. ფიქსანალი მინის ამპულაა, რომელშიც მოთავსებულია ნივთიერების $0,1$ მოლეკუვალენტი. $0,1$ ნორმალობის ხსნარის მოსამზადებლად ფიქსანალის შიგთავსი უდანაკარგოდ გადააქვთ $250-300$ მლ მოცულობის ჭიქაში, ამპულას გულდასმით გამორეცხავენ და მიღებული ხსნარი გადააქვთ ერთი ლიტრის მოცულობის მქონე საზომ კოლბაში. ჭიქას რამდენჯერმე გამოავლებენ გამოხდილ წყალს და ნარეცხი წყლით კოლბას შეავსებენ ჭდემდე.

რაც უფრო განზავებულია სამუშაო ხსნარი, მით ნაკლებია მისი მდგრადობა დროში. ამიტომ მათი გამოყენების შემთხვევაში უნდა თავიდან გადამოწმდეს ტიტრი, ანდა ხელახლა მოვამზადოთ ძირითადი ხსნარის ($0,1 N$) განზავებით.

3.4. საზომი ჭურჭელი, მათი დაკალიბრება

ლაბორატორიაში ხსნარების მოცულობის გასაზომად გამოყენებულია საზომი ჭურჭელი. თუ ხსნარის მოცულობის ზუსტი კონტროლი არ არის საჭირო იყენებენ მენზურებს, რომელთა ტევადობა $5-10$ მლ-დან $1-2$ ლიტრამდე იცვლება. შედარებით დიდი მოცულობა (25 მლ-დან 2 ლიტრამდე) ხსნარების მოცულობის ზუსტი გაზომვისათვის სარგებლობენ საზომი კოლბებით. ხსნარის მოცულობის ზუსტი კონტროლი შეიძლება პიპეტების გამოყენებით. მათი ტევადობა ფართო ზღვრებში იცვლება ($0,1-100$ მლ). რაც უფ-

რო მცირეა პიპეტის ზედა ნაწილის დიამეტრი, მით ზუსტი იქნება ანათვალის. ლაბორატორიაში გამოყენებულია ერთ- და მრავალდანაყოფიანი პიპეტები. თუ მათ არჩევაში შეზღუდვა არ არის, უპირატესობა ერთდანაყოფიან პიპეტებს უნდა მივანიჭოთ. ფართო ზღვრებში იცვლება მოცულობით ანალიზში გამოყენებული ბიურეტების მოცულობებიც (0,1-100 მლ). ცვლადია მათი დანაყოფის ფასიც (0,001-0,2 მლ). ბიურეტის ერთ-ერთი ღირსებაა კაპილარის დიამეტრის ზომა და მასზე დამოკიდებული წვეთის მოცულობა.

საზომ ქურჭელზე ანათვალის ზუსტი აღებისათვის აუცილებელია, რომ საზომი ქურჭლის მენისკი და დამკვირვებლის თვალი იყოს ერთ პორიზონტზე. მიღებულია, რომ უფერო ხსნარების მოცულობა უნდა ავითვალთ ხსნარის ქვედა (ჩაზნექილ) მენისკზე, შეფერილების კი – ზედა მენისკზე.

როგორც აღინიშნა, ხსნარების მოცულობების ზუსტი გაზომვა მოცულობით ანალიზში საიმედო შედეგის მიღების აუცილებელი წინაპირობაა. მაღალი კლასის მზომი ქურჭლის ჩვენება სანდოა და გადამოწმებას არ საჭიროებს. სხვა შემთხვევაში მიზანშეწონილია მათი გადამოწმება (დაკალიბრება). დაკალიბრების პრინციპი მარტივია – განსაზღვრულ ტემპერატურაზე საზომი ქურჭლით აღებულ ორჯერ გამოხდილ წყალს წონიან ანალიზურ სასწორზე და ცნობარებში მოტანილი სათანადო ცხრილების გამოყენებით ადგენენ მის მოცულობას. მიღებული შედეგის სიზუსტე იმითაა განპირობებული, რომ მცირე რაოდენობა სითხის აწონვა ტექნიკურად უფრო ადვილია, ვიდრე მისი მოცულობის გაზომვა.

დაკალიბრების წინ შესამოწმებელ საზომ ქურჭელს და ორჯერ გამოხდილ წყალს 1-2 საათით ტოვებენ სტაბილური ტემპერატურის მქონე (18 ± 1)⁰C ლაბორატორიაში. პიპეტით ზუსტად აღებულ წყალს ათავსებენ აწონილ ბიუქსში, ახურავენ სახურავს და წონიან. მაგალითად, დასაკალიბრებელია 10,0 მლ მოცულობის პიპეტი. წყლის წონამ შეადგინა 10,0520 გრამი. ცნობარის მონაცემებით 25⁰C-ზე 1,0000 მლ წყალი იწონის 0,99614 გრამს. აქედან გამომდინარე პიპეტის რეალური მოცულობა ყოფილა 10,09 მლ.

ბიურეტის და დანაყოფებიანი პიპეტის დაკალიბრება უფრო შრომატევადია, რადგან შესამოწმებელია არა მათი საერთო მოცულობა, არამედ ცალკეული (1,0; 2,0 მლ და ა.შ.) ჩვენებები.

მიკროპიპეტების და მიკრობიურეტების დასაკალიბრებლად ზოგჯერ წყლის ნაცვლად იყენებენ ვერცხლისწყალს. მისი უპირატესობა წყალთან შედარებით იმაშია, რომ არ ასველებს მინის კედლებს და დიდი ხვედრითი წონის გამო აწონვის ფარდობითი ცდომილება ნაკლებია.

IV. ნეიტრალიზაციის მეთოდი

4.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო

ნეიტრალიზაციის მეთოდი გამოყენებულია ფუძე და მჟავა ბუნების ნივთიერებების განსაზღვრისათვის. პირველ შემთხვევაში (აციდიმეტრია) სარგებლობენ ძლიერი მჟავების (HCl , H_2SO_4 , HClO_4) ტიტრინი ხსნარებით, მეორეში (ალკალიმეტრია) ძლიერი ტუტეების (NaOH , KOH , $\text{Ba}(\text{OH})_2$) ხსნარებით. სტანდარტულ ნივთიერებებად გამოყენებულია Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ და სხვა (პირველადი სტანდარტები), აგრეთვე HCl -ის ტიტრინი ხსნარი (მეორადი სტანდარტი).

ეკვივალენტობის წერტილის დასადგენად, ჩვეულებრივ, სარგებლობენ ფუძე-მჟავური ინდიკატორებით. მათი შერჩევის პრინციპი მარტივია – ინდიკატორის გატიტრის მაჩვენებელი (pT) ახლოს უნდა იყოს pH-თან, რომელიც ხსნარს ექნება ეკვივალენტობის წერტილში. სხვაობა ნეიტრალიზაციისა და ეკვივალენტობის წერტილებს შორის გამოწვეულია რეაქციის შედეგად მიღებული პროდუქტების ჰიდროლიზით, ან მათი ფუძე-მჟავური ბუნებით (მაგ., CO_2 , H_3BO_3 და სხვა). თუ ინდიკატორი არ იქნება სწორად შერჩეული, განსაზღვრის ცდომილებამ შეიძლება რამდენიმე ათეული პროცენტი შეადგინოს. ზოგიერთი ინდიკატორის მახასიათებელი მოცემულია N1 ცხრილში. ინდიკატორების კონტრასტულობის გაზრდის მიზნით ზოგჯერ იყენებენ მათ ნარევეს, ან შიგაშუქფილტრებს. მღვრიე და შეფერილ ხსნარებში ეკვივალენტობის წერტილის დადგენა შეიძლება პოტენციომეტრული მეთოდით.

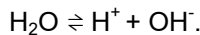
ნეიტრალიზაციის მეთოდს ვრცელი სამუშაო დიაპაზონი აქვს. პირდაპირი, არაპირდაპირი და უკუგატიტრის მეთოდებით შესაძლებელია მჟავების, მჟავური ოქსიდების, ჰიდროლიზებადი მარილების, კარბონატების, ზოგიერთი ორგანული ნაერთის და სხვათა განსაზღვრა.

ცხრილი 1. ფუძე-მჟავური ინდიკატორების ზოგიერთი მახასიათებელი

ინდიკატორი	გადასვლის მარჯვენებელი	გატიტერის მარჯვენებელი	ფერის ცვლა დაბალი pH-დან მაღალ pH-ზე გადასვლისას
მეთილნარინჯი	3,0 – 4,4	3,5	წითელი-ნარინჯი
ბრომფენოლლურჯი	3,0 – 4,6	4,1	ყვითელი-ლურჯი
მეთილწითელი	4,4 – 6,2	5,0	წითელი-ყვითელი
ბრომთიმოლლურჯი	6,0 – 7,6	7,3	ყვითელი-ლურჯი
ფენოლფთალეინი	8,2 – 9,8	9,1	უფერო-ჟოლოსფერი

4.2. წყალბად იონების კონცენტრაციის მარჯვენებელი (pH). მისი გათვლის და გაზომვის მეთოდები

წყალი ძალზე სუსტი ელექტროლიტია და უმნიშვნელოდ დისოცირდება



დისოციაციის წონასწორული პროცესის მუდმივა (K) ტოლი იქნება

$$K = \frac{[H^+][OH^-]}{[H_2O]}, \quad \text{საიდანაც } K[H_2O] = [H^+][OH^-].$$

დისოციაციის შედეგად წყლის მოლეკულების რაოდენობა (კონცენტრაცია) პრაქტიკულად არ იცვლება და 55.55 მოლი/ლ ტოლია

(1000 : 18 = 55.55). აქედან გამომდინარე, $K[\text{H}_2\text{O}] = \text{const}$. ამ სიდიდეს წყლის იონური ნამრავლი ეწოდება. 24°C-ზე ეს სიდიდე 10^{-14} ტოლია.

წყლის დისოციაციის მუდმივა და, აქედან გამომდინარე, წყლის იონური ნამრავლი მოცემულ ტემპერატურაზე მუდმივი სიდიდეა. ტემპერატურის გაზრდით სიდიდე იზრდება და 100°C-ზე $5.8 \cdot 10^{-13}$ -ს აღწევს.

სუფთა წყალში წყალბად- და ჰიდროქსიდ-იონების კონცენტრაციები ტოლია და 10^{-7} -ს შეადგენს.

$$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = 10^{-7}$$

ხსნარებში $[\text{H}^+]$ კონცენტრაციის გაზრდით პროპორციულად მცირდება $[\text{OH}^-]$ კონცენტრაცია და პირიქით. მაგალითად, HCl-ის 0,001 მოლურ ხსნარში OH^- -ის კონცენტრაცია 10^{-11} -ის ტოლი იქნება.

$$10^{-3} \cdot [\text{OH}^-] = 10^{-14}, \text{ საიდანაც } [\text{OH}^-] = 10^{-11}$$

ანალოგიურად შეგვიძლია გავთვალოთ $[\text{H}^+]$, თუ ვიცით OH^- კონცენტრაცია.

პრაქტიკული თვალთახედვით ამჯობინებენ $[\text{H}^+]$ და $[\text{OH}^-]$ -ის ნაცვლად გამოვიყენოთ მათი შებრუნებული სიდიდის ლოგარითმი – წყალბადის და ჰიდროქსიდის მაჩვენებლები – pH და pOH.

$$\text{pH} = -\lg [\text{H}^+] \text{ და } \text{pOH} = -\lg [\text{OH}^-], \text{ საიდანაც } \text{pH} + \text{pOH} = 14$$

ამრიგად: მჟავა არე	ნეიტრალური არე	ტუტე არე
$[\text{H}^+] > [\text{OH}^-]$	$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-]$	$[\text{H}^+] < [\text{OH}^-]$
$\text{pH} < 7$	$\text{pH} = 7$	$\text{pH} > 7$

pH ძალზე ინფორმატიული სიდიდეა. pH ხსნარის არა მარტო ფუძე-მჟავური ბუნების ზუსტი მახასიათებელია, არამედ განსაზღვრავს ხსნარში მიმდინარე ფაზურ წონასწორობას, კომპლექსნარმოქმნის და ბიოქიმიური პროცესების მიმდინარეობას, ნივთიერე-

ბათა შემცველობის ფორმებს და ა. შ. ნიადაგის ხსნარების pH-ზე მნიშვნელოვნად არის დამოკიდებული მისი ნაყოფიერება და ნორ-მირებული ელემენტების ტოქსიკურობის ხარისხი. pH მნიშვნელო-ვან ინფორმაციას იძლევა სამედიცინო დიაგნოსტიკის და გარე-მოს დაბინძურების თვალთახედვითაც, ამიტომ მისი კონტროლი ანალიზური ქიმიის აქტუალური საკითხია.

თუ ვიცით მჟავების, ტუტეების და სხვა ელექტროლიტების კონცენტრაციები, შეიძლება მათი pH-ის გათვლა. განვიხილოთ რამდენიმე მაგალითი.

ძლიერი ერთფუძიანი მჟავის pH-ის გათვლა. წყალხსნარებში ძლიერი მჟავები პრაქტიკულად სრულად დისოცირდებიან, ამიტომ

$$[H^+] = C_{\text{მჟ}} \text{ და } pH = -\lg C_{\text{მჟ}}$$

მაგალითად, გავთვალოთ 0,0001 მოლური HCl-ის pH

$$pH = -\lg 10^{-4} = 4$$

ძლიერი ტუტის pH-ის გათვლა. ძლიერი ტუტეებიც პრაქტიკულად სრულად დისოცირდებიან, ამიტომ

$$[OH^-] = C_{\text{ტუტე}} \text{ და } pOH = -\lg C_{\text{ტუტე}}, \text{ აქედან}$$

$$pH = 14 - pOH$$

მაგალითად, გავთვალოთ 0,01 მოლური NaOH-ის pH

$$pOH = -\lg 10^{-2} = 2 \text{ და } pH = 14 - 2 = 12$$

სუსტი ერთფუძიანი მჟავის pH-ის გათვლა. სუსტი მჟავის pH შეიძლება გავთვალოთ, თუ ცნობილია მისი კონცენტრაცია და დისოციაციის მუდმივა K:

$$HA \rightleftharpoons H^+ + A^-$$

$$K = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]}$$

რადგან სუსტი მჟავების დისოციაციის ხარისხი დაბალია, არადისოცირებული ფორმის კონცენტრაცია პრაქტიკულად მჟავის საწყისი კონცენტრაციის ტოლი იქნება. ხსნარში ტოლი იქნება აგრეთვე H^+ და A^- კონცენტრაციები:

$$[HA] = C_{მჟ} \quad \text{და} \quad [H^+] = [A^-], \text{ აქედან}$$

$$K = \frac{[H^+]^2}{C_{მჟ}} \quad \text{და} \quad [H^+] = \sqrt{KC_{მჟ}}$$

თუ $-\lg K$ აღვნიშნავთ pK -თი მაშინ:

$$pH = -\lg(KC_{მჟ})^{1/2} = -\frac{1}{2} \lg K - \frac{1}{2} \lg C_{მჟ} = \frac{1}{2} pK - \frac{1}{2} \lg C_{მჟ}.$$

სხვა ელექტროლიტების pH -ის გათვლის მეთოდები იხილეთ სახელმძღვანელოში.

ხსნარის pH -ის გაზომვის მეთოდები. ხსნარის pH მიახლოებით შეიძლება შევავასოთ სხვადასხვა ინდიკატორის გამოყენებით. თუ ხსნარში მეთილწითელი ყვითლად იფერება $pH > 4,4$, თუ წითლად – $pH < 4,3$. ფენოლფთალეინის ჟოლოსფერი გვიჩვენებს, რომ $pH > 8,3$ და ა.შ. უკეთეს შედეგს იძლევა ინდიკატორთა ნარევის, ან უნივერსალური ინდიკატორის ქალაღდის გამოყენება.

pH -ის ზუსტი გაზომვა შესაძლებელია პოტენციომეტრული (იონმეტრული) მეთოდით. ამ მიზნით იყენებენ სპეციალური მინისგან დამზადებულ ელექტროდს, რომლის პოტენციალი დამოკიდებულია ხსნარში H^+ -იონების კონცენტრაციაზე. ხელსაწყოს (pH -მეტრი) ელექტრონული სქემის მეშვეობით ხდება ელექტროდზე აღძრული პოტენციალის გაძლიერება, გაზომვა და pH -ზე გადათვლა.

pH -მეტრზე მუშაობის წესები მოცემულია ხელსაწყოს თანმხლებ ინსტრუქციებში.

4.3. სტანდარტული ნივთიერებები და სტანდარტული ხსნარები

მჟავების სამუშაო ხსნარების ზუსტი კონცენტრაციის დასადგენად პირველად სტანდარტებად გამოყენებულია Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, KHCO_3 და სხვა.

Na_2CO_3 -ის მოლეკუვალენტი 52,9945-ის ტოლია. შესაბამისად 1,0 ლ 0,1 N ხსნარის დასამზადებლად საჭიროა 5,2995 გ სოდა, 0,5 ლიტრისათვის – 2,6498 გ და ა.შ. Na_2CO_3 ჰიგროსკოპული ნივთიერებაა, ამიტომ წონაკის აღების წინ უნდა გამოვაშროთ თერმოსტატში 150-200°C-ზე. წონაკი უდანაკარგოდ გადააქვთ 150-200 მლ მოცულობის მქონე ჭიქაში, საათის მინას გულდასმით ჩარეცხავენ გამოხდილი წყლით, ხსნარი გადააქვთ საზომ კოლბაში, რომელსაც ჭედმდე შეავსებენ ჭიქის ნარეცხი წყლით.

თუ საწყისი ნივთიერების სისუფთავეში არ ვართ დარწმუნებული აუცილებელია მისი გადაკრისტალება. ამისათვის მის ნაჯერ ხსნარში კიპის აპარატიდან ან ბალონიდან ატარებენ CO_2 -ის ნაკადს, გამოლექილ NaHCO_3 -ს გამოფილტრავენ, რეცხავენ, აშრობენ და ისევ Na_2CO_3 -ში გადასაყვანად თერმოსტატში 1-1,5 საათით აცხელებენ 250-270°C-მდე.

მჟავების სამუშაო ხსნარების სტანდარტიზაციისათვის გამოყენებულია აგრეთვე ბორაქსი – $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. მისი მოლეკუვალენტი 190,6854-ის ტოლია. ბორაქსი ადვილად სუფთავდება გადაკრისტალებით. გასუფთავებული მარილი უნდა გავაშროთ ჰაერზე, რადგან თუ ტემპერატურა გადასცდა 60-65°C იკარგება საკრისტალიზაციო წყლის ნაწილი. გადაკრისტალებული მარილი ჰაერზე იფიტება, ამიტომ უნდა შევინახოთ ჰერმეტიულ ჭურჭელში.

ტუტეების ხსნარების ტიტრის დასადგენად პირველად სტანდარტებად იყენებენ მჟაუნმჟავას ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). მჟაუნმჟავა ადვილად სუფთავდება გადაკრისტალებით, მისი მოლეკუვალენტი 63,0333-ის ტოლია. ტუტეების სამუშაო ხსნარების სტანდარტიზაციისათვის მეორად სტანდარტებად შეიძლება ცნობილი ნორმალობის მქონე ძლიერი მჟავების სამუშაო ხსნარების გამოყენება.

4.4. მარილმჟავას სამუშაო ხსნარის მომზადება და სტანდარტიზაცია

კონცენტრირებული ხსნარიდან მარილმჟავის სამუშაო ხსნარის მოსამზადებლად უნდა გავითვალისწინოთ მოსამზადებელი ხსნარის კონცენტრაცია, მისი მოცულობა და სიმკვრივის მიხედვით დავადგინოთ საწყისი მჟავის კონცენტრაცია. მაგალითად, დასამზადებელია 0,5 ლ 0,1 N მჟავა. ამისთვის საჭირო იქნება 1,82 გ მარილმჟავა ($m = 36,5; 36,5:10:2 = 1,82$ გ HCl). დაფუშვით, მჟავის სიმკვრივე აღმოჩნდა 1,17. ცნობარის მიხედვით მისი მასური წილი 34,2 %-ია. ადვილად გავთვლით, რომ 1,8 გ HCl იქნება 5,3 გ, ანუ 4,5 მლ ხსნარში ($5,3:1,17=4,5$). ზოგიერთ ცნობარში მასურ წილთან ერთად კონცენტრაცია მითითებულია გ/ლ-ით, რაც აადვილებს საჭირო გათვლებს. გათვლილ რაოდენობა HCl იღებენ მენზურით, გადააქვთ 0,5 ლ საზომ კოლბაში და გამოხდილი წყლით ავსებენ ჭდემდე.

მიღებული ხსნარის კონცენტრაცია არ იქნება ზუსტი, რადგან არეომეტრი საწყისი ხსნარის ხვედრითი წონის ზუსტი განსაზღვრის საშუალებას არ იძლევა. ამიტომ აუცილებელია სამუშაო ხსნარის სტანდარტიზაცია.

HCl-ის სამუშაო ხსნარის სტანდარტიზაცია 0,1 N Na_2CO_3 -ით.
150-200 მლ კონუსურ კოლბაში პიპეტით გადააქვთ 20,0 ან 25,0 მლ სოდის სტანდარტული ხსნარი, გამოხდილი წყლით აზავებენ 50-60 მლ-მდე, უმატებენ 2-3 წვეთ მეთილნარინჯს და ტიტრავენ 25 მლ ბიურეტში მოთავსებული სამუშაო ხსნარით მდგრადი ვარდისფერის მიღებამდე. ინდიკატორად შესაძლებელია მეთილწითელის გამოყენებაც (გადასვლა ყვითელი-წითელი). პროცედურას იმეორებენ განმეორებადი შედეგის მიღებამდე. სამუშაო ხსნარის ნორმალობას ანგარიშობენ 3.3 ქვეთავში მოტანილი ფორმულით.

მაგალითად: 20,0 მლ 0,1N სოდის ხსნარის გატიტრებაზე დაიხარჯა 19,5; 19,8 და 19,8 მლ მარილმჟავას სამუშაო ხსნარი. მჟავის ნორმალობა ტოლი იქნება:

$$N = \frac{20,0 \cdot 0,1}{19,7} = 0,103$$

HCl-ის სამუშაო ხსნარის სტანდარტიზაცია Na₂CO₃-ის წონაკით. ანალიზურ სასწორზე აწონილი 0,2 გ-მდე გამომშრალი სოდის წონაკი უდანაკარგოდ გადააქვთ 100-150 მლ მოცულობის კონუსისებურ კოლბაში, ხსნიან 50-60 მლ გამობდილ წყალში და მეთილნარინჯის თანაობისას ტიტრავენ მჟავას სამუშაო ხსნარით. შემთხვევითი შეცდომის გამორიცხვის მიზნით ატარებენ 2-3 განსაზღვრას. დახარჯული მჟავას მოცულობის მიხედვით ანგარიშობენ მის ნორმალობას (იხ. 3.3 ქვეთავი).

მაგ. 0,1215 გ სოდის გატიტვრაზე დაიხარჯა 22,5 მლ მჟავას ხსნარი. მაშინ

$$N_{HCl} = \frac{1000 \cdot 0,1215}{52,9945 \cdot 22,5} = 0,102$$

HCl, H₂SO₄ და სხვ. სამუშაო ხსნარების მომზადება შესაძლებელია სათანადო ფიქსანალებიდანაც.

4.5. NaOH-ის 0,1 N სამუშაო ხსნარის მომზადება და სტანდარტიზაცია

ჰაერის CO₂-თან მოქმედების შედეგად ნატრიუმის ტუტის მარცვლების ზედაპირი, ჩვეულებრივ, დაფარულია კარბონატის თხელი ფენით. Na₂CO₃-იც ფუძე ბუნებისაა, მაგრამ აქვს ტუტისაგან განსხვავებული მოლეკვივალენტი, რაც შეიძლება შეცდომის წყარო გახდეს. კარბონატული ფენის მოსაცილებლად ტუტის მარცვლებს ათავსებენ ქიმიურ ჭიქაში, რამდენჯერმე გარეცხავენ მცირე მოცულობა წყლით და აშრობენ ფილტრის ქალაღით. NaOH-ის მოლეკვივალენტი 40,00 ტოლია. თუ უნდათ დაამზადონ NaOH-ის 0,1 N 0,5 ლ ხსნარი, ტექნიკურ სასწორზე 0,1 გ სიზუსტით წონიან 2,0 გ ტუტეს, წონაკს 100 მლ მოცულობის ჭიქაში ხსნიან 50-60 მლ წყალში და ხსნარი გადააქვთ 0,5 ლ საზომ კოლბაში. ჯერ

ჭიქის ნარეცხით, შემდეგ კი გამოხდით წყლით ხსნარის მოცულობა მიჰყავთ 0,5 ლ-მდე.

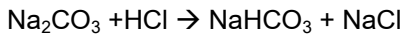
NaOH-ის სამუშაო ხსნარის ზუსტი კონცენტრაციის დასადგენად პირველად სტანდარტად გამოყენებულია მჟაუნმჟავას დიჰიდრატი – $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ ($M_r = 126,064$, $m = 63,032$). მჟაუნმჟავა ჰაერზე ადვილად იფიტება, ამიტომ სტანდარტული ხსნარის მომზადების წინ რეაგენტი უნდა გადავაკრისტალოთ და გავაშროთ. ტუტის ხსნარის სტანდარტიზაციის მიზნით 20,0 ან 25,0 მლ მჟაუნმჟავას ხსნარს აზავენ 50-60 მლ-მდე და ფენოლფთალეინის თანაობისას ტიტრავენ ტუტის ხსნარით. გატიტვრის შედეგზე გავლენას ახდენს ნახშირბადის დიოქსიდი. ამიტომ მუშაობისას უნდა გამოვიყენოთ ახლად გამოხდილი წყალი.

პრაქტიკაში ტუტეების სამუშაო ხსნარების ზუსტ კონცენტრაციას, ჩვეულებრივ, ადგენენ უკვე სტანდარტიზებული მარილმჟავას ხსნარით.

4.6. ჰიდროკარბონატ- და კარბონატ იონების განსაზღვრა ნარევეში

Na_2CO_3 -ის და $NaHCO_3$ -ის წყალხსნარებს განსხვავებული pH აქვთ, რაც ნარევეში მათი განსაზღვრის საშუალებას იძლევა.

Na_2CO_3 -ის HCl-ით გატიტვრის მრუდზე მკვეთრად გამოხატული ეკვივალენტობის ორი წერტილი (Na_2CO_3 -ის სანახევრო და სრული განეიტრალება).



ეკვივალენტობის პირველ წერტილში ხსნარის pH იქნება 8,35, მეორეში – 3,9:

$$pH = \frac{pK_1 + pK_2}{2} = \frac{6,5 + 10,2}{2} = 8,35$$

$$pH = 1/2pK_1 - 1/2lgC_{მჟ} = 1/2 \cdot 6,5 - 1/2 \lg 0,05 = 3,9$$

აქედან გამომდინარე, გატიტვრის პირველ ეტაპზე ინდიკატორად შეიძლება გამოვიყენოთ ფენოლფთალეინი, მეორეზე – მეთილნარინჯი (გატიტვრის მაჩვენებლები 9,1 და 3,9).

გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,1 N HCl;
2. ფენოლფთალეინის 1%-იანი ხსნარი 60%-იან ეთანოლში;
3. მეთილნარინჯის 1%-იანი წყალხსნარი.

ანალიზის მსვლელობა. 25–30 მლ საანალიზო ხსნარს უმატებენ 2-3 წვეთ ფენოლფთალეინს და ტიტრავენ 0,1 N HCl-ით გაუფერულებამდე. იმავე ხსნარში შეაქვთ 2-3 წვეთი მეთილნარინჯი და გატიტვრას აგრძელებენ ნარინჯისფერ შეფერილობამდე (გატიტვრაზე დახარჯული 0,1 N HCl-ის მოცულობები შესაბამისად V_1 და V_2 მლ-ები).

ანალიზის შედეგების გაანგარიშება

$$g(\text{Na}_2\text{CO}_3) = N \cdot 2V_1 \cdot 53 \text{ მგ}$$

$$g(\text{NaHCO}_3) = N \cdot (V_2 - V_1) \cdot 84 \text{ მგ}$$

სადაც N HCl-ის ნორმალობაა, 53 და 84 – Na_2CO_3 და NaHCO_3 -ის ეკვივალენტები.

4.7. წყლის გარდამავალი სიხისტის განსაზღვრა

გარდამავალი (დროებითი, კარბონატული) სიხისტე განპირობებულია წყალში გახსნილი Ca^{2+} და Mg^{2+} (უფრო ზუსტად ყველა ორ- და მეტმუხტიანი) კათიონების ჰიდროკარბონატების არსებობით. სიხტი წყლიდან ადულებსას გამოილექება კალციუმის კარბონატი, რომელიც რიგი ტექნიკური გართულებების მიზეზია.

ჰიდროქიმურ ანალიზში გარდამავალი სიხისტის განსაზღვრისათვის გამოყენებულია არაპირდაპირი მეთოდი. 0,1 N HCl-ით იტიტრება HCO_3^- , რომელიც Ca^{2+} და Mg^{2+} ეკვივალენტურია. ნეიტრალიზაციის მეთოდით გარდამავალი სიხისტის განსაზღვრა შეიძ-

ლება გამოვიყენოთ წყლებში, რომლებშიც HCO_3^- შემცველობა ტოლია, ან ნაკლებია $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ მგ-ეკვ-ზე.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,1 N HCl;
2. მეთილნარინჯის 1%-იანი წყალხსნარი;

ანალიზის მსვლელობა. 200–250 მლ კონუსურ კოლბაში ათავსებენ 50–100 მლ საკვლევ წყალს, უმატებენ რამდენიმე წვეთ ინდიკატორს და ტიტრავენ მჟავით მდგრადი ნარინჯისფერის მიღებამდე.

შედეგის გაანგარიშება. წყლის სიხისტეს (H), ჩვეულებრივ, გამოსახვენ მგ-ეკვ/ლ.

$$H = N \cdot V \frac{1000}{a} \text{ მგ-ეკვ/ლ,}$$

სადაც H გარდამავალი სიხისტეა, N და V – მჟავის ნორმალობა და გატიტვრაზე დახარჯული მოცულობა, a – საანალიზოდ აღებული წყლის მოცულობა მლ-ში.

ზოგჯერ ეკვივალენტობის წერტილის უფრო საიმედოდ ფიქსირების მიზნით მიმართავენ უკუგატიტვრის მეთოდს. საანალიზო სინჯს უმატებენ ჭარბ, განსაზღვრულ რაოდენობა 0,1 N HCl-ს, რომელსაც უკუტიტრავენ 0,1 N NaOH-ით. გარდამავალ სიხისტეს ანგარიშობენ ფორმულით:

$$H = \frac{(N_1 V_1 - N_2 V_2) \cdot 1000}{a} \text{ მგ-ეკვ/ლ, სადაც}$$

N_1 და V_1 HCl-ის, N_2 და V_2 NaOH-ის ნორმალობა და მოცულობებია, a – საანალიზო სინჯის მოცულობა მლ-ში.

4.8. კარბონატების განსაზღვრა კირქვაში

კარბონატულ ქანებში, ნიადაგში, ბეტონში და სხვა ობიექტებში კირქვის განსაზღვრის მარტივი მეთოდი დაფუძნებულია სინჯის

გახსნაზე ჭარბად აღებული მჟავის ტიტრიან ხსნარში და რეაქციაში შეუსვლელი მჟავის უკუგატიტვრაზე ტუტით.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,2 N HCl;
2. 0,1 N NaOH;
3. ფენოლფთალეინის 1%-იანი ხსნარი 60%-იან ეთანოლში.

ანალიზის მსვლელობა. როდინში გაფხვიერებულ 0,5-1 გ კირქვას წონიან ანალიზურ სასწორზე (G), უდანაკარგოდ გადააქეთ 100-150 მლ მოცულობის კონუსურ კოლბაში და უმატებენ 20,0 მლ 0,2 N HCl. ნარევეს აყოვნებენ 20-25 წუთი, ან ათბობენ ელექტროქურაზე. სინჯის გახსნის შემდეგ ხსნარს გამოხდელი წყლით აზავებენ 50 მლ-მდე და ჭარბ HCl უკუტიტავენ 0,1 N NaOH-ით ფენოლფთალეინის თანაობისას. საანალიზო სინჯში კირქვის შემცველობას (g) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = (N_1V_1 - N_2V_2) \cdot 50 \text{ მგ CaCO}_3,$$

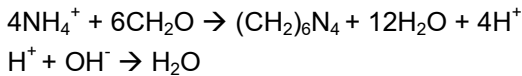
სადაც N_1V_1 და N_2V_2 HCl და NaOH-ის ნორმალობები და მოცულობებია, 50 – CaCO₃-ის მოლექვივალენტა.

საანალიზო სინჯში CaCO₃-ის მასური წილი იქნება

$$\text{CaCO}_3 \% = \frac{g \cdot 100}{G}$$

4.9. ამონიუმის განსაზღვრა

ამონიუმ-იონის და ფორმალდეჰიდის ურთიერთქმედების შედეგად გამოყოფილი წყალბად-იონების გატიტვრა უდევს საფუძვლად NH₄⁺-ის ალკალიმეტრულ განსაზღვრას.



ფორმალდეჰიდი, ჩვეულებრივ, მცირე რაოდენობით შეიცავს ჭიანჭველმჟავას, ამიტომ საჭიროა მისი წინასწარი განეიტრალება.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. ფორმალდეჰიდის ნეიტრალური ხსნარი. დაახლოებით 25% ფორმალდეჰიდის ხსნარს უმატებენ რამდენიმე წვეთ ფენოლ-ფთალეინს და 0,1 N NaOH-ით ტიტრავენ სუსტი ვარდის-ფერის მიღებამდე;
2. 0,1 N NaOH;
3. ფენოლფთალეინის 1%-იანი ხსნარი 60%-იან ეთანოლში.

ანალიზის მსვლელობა. 25–30 მლ საანალიზო ხსნარს, რომელშიც NH_4^+ შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 150-200 მგ, უმატებენ 10 მლ ფორმალდეჰიდის ნეიტრალურ ხსნარს, ურევენ და 5–10 წუთის შემდეგ ტიტრავენ 0,1 N NaOH-ით სუსტი ყოლოს-ფერის მიღებამდე. საანალიზო ხსნარში NH_4^+ -ის შემცველობას (გ) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = N \cdot V \cdot 18 \text{ მგ,}$$

სადაც N და V გატიტრვაზე დახარჯული NaOH-ის ნორმალობა და მოცულობაა, 18 – NH_4^+ -ის მოლეკუივალენტი.

პრაქტიკაში, ზოგჯერ, მიმართავენ NH_4^+ -ის განსაზღვრის სხვა ვარიანტს. ფორმალდეჰიდის დამატების შემდეგ ხსნარში შეაქვთ 0,1 N NaOH-ის ჭარბი, განსაზღვრული რაოდენობა, რომელსაც უკუტიტრავენ 0,1 N HCl-ით. ამ შემთხვევაში NH_4^+ -ის შემცველობას ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = (N_1V_1 - N_2V_2) \cdot 18 \text{ მგ,}$$

სადაც N_1 , V_1 და N_2 , V_2 NaOH-ის და HCl-ის ნორმალობები და მოცულობებია.

V. დაჟანგვა-აღდგენის მეთოდი. პერმანგანატმეტრია

5.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო

პერმანგანატმეტრია მოცულობითი ანალიზის დაჟანგვა-აღდგენის მეთოდების ჯგუფს მიეკუთვნება. სამუშაო ხსნარად (ტიტრანტად) გამოყენებულია კალიუმის პერმანგანატი, რომელიც ძლიერი მჟანგავია, განსაკუთრებით მჟავა არეში (ჟანგვის ნორმალური პოტენციალი $E^0 = 1,51$ ვ). პერმანგანატით ისაზღვრება ნივთიერებათა აღდგენილი (Fe^{2+} , Sn^{2+} , NO_2^- და სხვა), ასევე დაჟანგული ფორმები (Fe^{3+} , MnO_2 , PbO_2 და სხვა) მათი წინასწარი აღდგენის შემდეგ.

ანალიზურ პრაქტიკაში გამოყენებულია პერმანგანატმეტრული განსაზღვრები ტუტე არეშიც. ამ შემთხვევაში შედარებით დაბალია პერმანგანატის ჟანგვითი პოტენციალი (0,60 ვ) და, რაც მთავარია, ეკვივალენტობის ნერტილის ფიქსირებას ართულებს რეაქციის შედეგად წარმოქმნილი მანგანუმის დიოქსიდის ნალექი.

პერმანგანატი ინტენსიურად შეფერილი ნივთიერებაა (შთანთქმის მოლური კოეფიციენტი $2,4 \cdot 10^3$). 0,1 N $KMnO_4$ -ის ერთი წვეთი საკმარისია 100 მლ წყლის შესაფერად, რაც პერმანგანატმეტრული განსაზღვრების უინდიკატოროდ ჩატარების საშუალებას იძლევა.

ჟანგვა-აღდგენითი რეაქციები მრავალკომპონენტიანი, რთული მექანიზმით მიმდინარე გარდაქმნება. მათი სიჩქარე შედარებით დაბალია, ამიტომ ზოგჯერ ტიტრავენ $70-80^{\circ}C$ -მდე გაცხელებულ ხსნარებს. მხედველობაში უნდა მივიღოთ, რომ $KMnO_4$ -ის მონანილეობით მიმდინარე რეაქციებს აკატალიზებს რეაქციის დროს გამოყოფილი Mn^{2+} (ავტოკატალიზი), ამიტომ რეაგენტის პირველი წვეთები ნელა უფერულდება.

ნეიტრალიზაციის მეთოდისგან განსხვავებით, ჟანგვა-აღდგენის რეაქციებში ნივთიერებების მოლექვივალენტს ითვლიან რეაქციაში მონანილე ელექტრონების რაოდენობის მიხედვით $m = M_r \cdot n$.

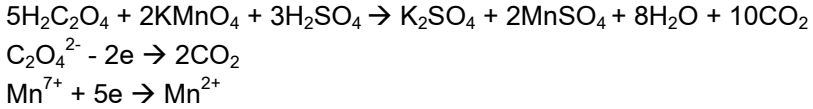
5.2. სამუშაო და სტანდარტული ხსნარები

0,1 N KMnO_4 -ის სამუშაო ხსნარი. პერმანგანატმეტრიაში ძირითადად გამოყენებულია KMnO_4 -ის 0,1 და 0,01 N ხსნარები. ერთი ლიტრი 0,1 N ხსნარის მოსამზადებლად 3,16 გ KMnO_4 -ს (მოლეკვივალენტი $M_r:5$) ხსნიან 100-150 მლ გამოხდილ წყალში და ავსებენ ერთ ლიტრამდე. KMnO_4 -ის ხსნარი არ გამოირჩევა მდგრადობით. უმდგრადობის ძირითადი მიზეზია MnO_2 , რომელიც აკატალიზებს KMnO_4 -ის დაშლის პროცესს. მცირე რაოდენობით MnO_2 -ს შეიცავს რეაგენტი და შეიძლება წარმოიქმნას ხსნარში ორგანული ნივთიერებების მოხვედრის შედეგადაც (მტვერი, გამოხდილი წყალი). KMnO_4 -ის მდგრადი ხსნარის მოსამზადებლად რეკომენდებულია ახლად დამზადებული 0,1 N ხსნარის წამოღება 10-15 წუთით, ანდა დაყოვნება 7-10 დღე და გაფილტვრა მინის ფილტრში MnO_2 -ის მოსაცილებლად. KMnO_4 -ის 0,01 N ხსნარს, ჩვეულებრივ, ამზადებენ სამუშაოს დაწყების წინ და ინახავენ მუქი ფერის ჭურჭელში.

მინარევებისა და უმდგრადობის გამო KMnO_4 -ისგან ზუსტი კონცენტრაციის ხსნარის მომზადება არ ხერხდება, ამიტომ აუცილებელია მისი სტანდარტიზაცია. ამ მიზნით სტანდარტულ ნივთიერებებად გამოყენებულია $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, Fe , $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ და სხვა.

0,1 N $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ის სტანდარტული ხსნარი. ერთი ლიტრი 0,1 N მჟაუნმჟავას ხსნარის მოსამზადებლად ანალიზურ სასწორზე წონიან 6,3300 გ ($M_r = 126,6$) ახლად გადაკრისტალბულ და ჰაერზე გამშრალ მჟავას, ხსნიან მცირე მოცულობა წყალში და ჭიქის ნარეცხი წყლით ავსებენ ერთ ლიტრამდე.

სამუშაო ხსნარის სტანდარტიზაციის მიზნით 200-250 მლ კონუსურ კოლბაში შეაქვთ 20,0 მლ $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ის 0,1 N სტანდარტული ხსნარი, ანზავებენ 50 მლ-მდე გამოხდილი წყლით, უმატებენ 5 მლ 1:4 განზავებულ H_2SO_4 -ს, ნარევს აცხელებენ ადუღებამდე და ცხლადვე ტიტრავენ KMnO_4 -ით სუსტი იისფერის მიღებამდე.



KMnO₄-ის ნორმალობას ანგარიშობენ ფორმულით

$$N_1 = \frac{N_2 V_2}{V_1}$$

სადაც N₁ V₁ და N₂ V₂ პერმანგანატის და მჟაუნმჟავას ხსნარების ნორმალობები და მოცულობებია.

ანალოგიურად შესაძლებელია KMnO₄-ის სამუშაო ხსნარის სტანდარტიზაცია 0,1 N Na₂C₂O₄-ის ხსნარით (M_r = 134, მოლეკუი-ვალენტი 67,0).

5.3. წყალბადის ზეჟანგის განსაზღვრა

წყალბადის ზეჟანგი გამოყენებულია ქიმიურ ტექნოლოგიაში და ლაბორატორიებში, მედიცინაში და სხვა. გასაყიდ პრეპარატში მისი სანყისი შემცველობა დაახლოებით 30%-ია, მაგრამ უმდგრა-დობის გამო ცვლადია და საჭიროა კონცენტრაციის პერიოდული კონტროლი. ამ მიზნით ანალიზურ პრაქტიკაში გამოყენებულია პერმანგანატული მეთოდი. გოგირდმჟავა არეში წყალბადის ზეჟან-გი, ოთახის ტემპერატურაზე, იჟანგება კალიუმის პერმანგანატით:



აღმდგენლის როლში გამოდის ჟანგბადი, რომლის დაჟანგულო-ბის ხარისხი წყალბადის ზეჟანგში 1-ის ტოლია (2O⁻ - 2e → O₂).

გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,1 N KMnO₄;
2. 1:4 განზავებული H₂SO₄.

ანალიზის მსვლელობა. წყალბადის ზეჟანგის გასაყიდი პრეპა-რატიდან ან განზავებული ხსნარიდან საანალიზო სინჯს იღებენ იმ ვა-რადით, რომ მის გატიტვრაზე დაიხარჯოს 10-15 მლ 0,1 N KMnO₄-ის

ხსნარი. სინჯი (წონაკი, ხსნარი) გადააქვთ 150-200 მლ მოცულობის კონუსურ კოლბაში, გამოხდილი წყლით ანზავებენ 40-50 მლ-მდე, უმატებენ 5 მლ H_2SO_4 -ს და 0,1 N $KMnO_4$ -ით ცივად ტიტრავენ სუსტი იისფერის მიღებამდე. ანალიზის შედეგი იანგარიშება ფორმულით:

$$g = N \cdot V \cdot 17 \text{ მგ } H_2O_2$$

სადაც N და V $KMnO_4$ -ის ნორმალობა და მოცულობაა, 17 – H_2O_2 -ის მოლეკვივალენტი. გასაყიდ პრეპარატში H_2O_2 -ის მასურ ნილს ანგარიშობენ ფორმულით

$$H_2O_2 \% = \frac{g \cdot 100}{G}$$

სადაც g ანალიზით ნაპოვნი სიდიდეა, G – წონაკის მასა.

5.4. რკინის (II) განსაზღვრა

რკინა (II)-ის განსაზღვრის პერმანგანატმეტრული მეთოდი გამოჩეულია სიმარტივითა და საიმედოობით. გოგირდმჟავა არეში, ოთახის ტემპერატურაზე, Fe^{2+} 0,1 N $KMnO_4$ -ით იჟანგება Fe^{3+} - მდე:



რკინის მაღალი შემცველობის შემთხვევაში წარმოქმნილი Fe^{3+} -ის გამო საანალიზო ხსნარი იფერება ყვითლად, რაც ართულებს ეკვივალენტობის ნერტილის დადგენას. ასეთ შემთხვევაში, მჟავა არეს ქმნიან ფოსფორმჟავით, რომელიც რკინა (III)-თან იძლევა უფერო კომპლექსს.

ინდუცირებული დაჟანგვის გამო, რკინის (II) პერმანგანატმეტრულ განსაზღვრას ხელს უშლიან ქლორიდ-იონები. ამიტომ საჭიროა მათი წინასწარი მოცილება საანალიზო სინჯის ამოშრობით გოგირდმჟავას თანაობისას.

პერმანგანატმეტრული მეთოდით შესაძლებელია რკინა (III) განსაზღვრაც, მისი წინასწარ Sn^{2+} , ან Zn -ით აღდგენის შემდეგ.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,1 N KMnO_4 ;
2. 1:4 განზავებული H_2SO_4 .

ანალიზის მსვლელობა. 150-200 მლ მოცულობის მქონე კოლბაში იღებენ საანალიზო სინჯს, რომელშიც Fe^{2+} შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 80-100 მგ, უმატებენ 5 მლ H_2SO_4 -ს, გამოხდელი წყლით აზავებენ 40-50 მლ-მდე და ცივად ტიტრავენ 0,1 N KMnO_4 -ით სუსტი იისფერის მიღებამდე.

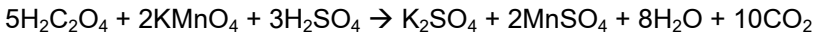
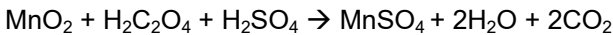
Fe^{2+} -ის შემცველობას ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = N \cdot V \cdot 55,85 \text{ მგ}$$

სადაც N და V KMnO_4 -ის ნორმალობა და მოცულობაა, 55,85 – რკინის მოლეკუვალენტი.

5.5. მანგანუმის დიოქსიდის განსაზღვრა პიროლუზიტში

მანგანუმის დიოქსიდი მანგანუმის სამრეწველო მადნის – პიროლუზიტის მთავარი შემადგენელი კომპონენტია. მისი პერმანგანატმეტრული განსაზღვრისათვის მადნის გაფხვიერებულ წონაკს ხსნიან მჟაუნის და გოგირდის მჟავეების ნარევეში და ჭარბ მჟაუნმჟავას უკუტიტრავენ პერმანგანატით



გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,5 N KMnO_4 . 7,9020 გ KMnO_4 -ს ხსნიან მცირე მოცულობა გამოხდელი წყალში და საზომ კოლბაში ავსებენ 0,5 ლ-მდე;
2. 0,5 N $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$. 15,8250 გ $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ს ხსნიან მცირე მოცულობა გამოხდელი წყალში და საზომ კოლბაში ავსებენ 0,5 ლ-მდე;
3. 1:4 განზავებული H_2SO_4 .

ანალიზის მსვლელობა. აქატის როდინში გაფხვიერებულ, ჰაერზე მშრალ 0,2-0,3გ საანალიზო სინჯს წონიან ანალიზურ სას-

ნორზე, გადააქვთ 200-250მლ მოცულობის მქონე კონუსურ კოლბაში, უმატებენ 10 მლ H_2SO_4 -ს, 20,0 მლ 0,5 N $H_2C_2O_4$ -ს და ათავსებენ წყლის აბაზანაზე. მყარ ფაზაში შავი ნაწილაკების გაქრობის შემდეგ ხსნარს ცხლადვე ტიტრავენ 0,5 N $KMnO_4$ -ით სუსტი იისფერის მიღებამდე.

აღებულ წონაკში MnO_2 -ის რაოდენობას ანგარიშობენ ფორმულით:

$$g = (N_1V_1 - N_2V_2) \cdot 43,5 \text{ მგ } MnO_2$$

სადაც N_1 და V_1 $H_2C_2O_4$ -ის, N_2 და V_2 $KMnO_4$ -ის ნორმალობები და მოცულობებია, 43,5 – MnO_2 -ის მოლეკვივალენტი.

პიროლუზიტის მადანში MnO_2 -ის მასური წილი იქნება

$$MnO_2 \% = \frac{g \cdot 100}{G},$$

სადაც g ანალიზით მიღებული შედეგია, G – საანალიზოდ აღებული წონაკის მასა.

5.6. წყლის პერმანგანატული ინდექსის განსაზღვრა

წყლის პერმანგანატული ინდექსი (წყლის ჟანგვადობა) გვიჩვენებს ჟანგბადის მგ-ის რაოდენობას, რომელიც საჭიროა ერთ ლიტრ წყალში გახსნილი ორგანული ნივთიერებების დასაჟანგად. მოქმედი ნორმატივებით სასმელ წყალში პერმანგანატული ინდექსი არ უნდა აღემატებოდეს 3-5 მგO/ლ.

პერმანგანატული ინდექსის მიხედვით შესაძლებელია შევაფასოთ წყალში გახსნილი ორგანული ნივთიერებების ჯამური შემცველობა. მეთოდი მარტივია და გამოყენებულია წყალმომარაგებასა და გარემოს კონტროლის სფეროში.

პერმანგანატული ინდექსის განსაზღვრისათვის წყალში გახსნილ ორგანულ ნივთიერებებს ჟანგავენ კალიუმის პერმანგანატით და რეაქციაში შეუსვლელი რეაგენტის მიხედვით ითვლიან დახარჯული ჟანგბადის რაოდენობას. პერმანგანატის განზავებუ-

ლი ხსნარით წყალში გახსნილი ორგანული ნივთიერებების დაჟანგვის ხარისხი, ჩვეულებრივ, 50-60%-ია და დამოკიდებულია რეაქციის მიმდინარეობის პირობებზე, ამიტომ განმეორებადი, ურთიერთ შესადარებელი შედეგების მისაღებად აუცილებელია მეთოდით რეკომენდებული პირობების ზუსტი დაცვა.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,01 N KMnO_4 ;
2. 0,01 N $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
3. 1:4 განზავებული H_2SO_4 .

ანალიზის მსვლელობა. 100მლ საანალიზო წყალს ათავსებენ 250მლ მოცულობის მქონე კონუსურ კოლბაში, უმატებენ 5მლ H_2SO_4 -ს და აცხელებენ ელექტროქურაზე. დუღილის დაწყებისთანავე კოლბაში შეაქვთ 10,0მლ 0,01 N KMnO_4 და ადუღებენ ზუსტად 10 წუთი. ცხელ ხსნარს უმატებენ 10,0მლ 0,01 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ და რეაქციაში შეუსვლელ მჟაუნმჟავას უკუტიტრავენ 0,01 N KMnO_4 -ით.

თუ დუღილის პროცესში თავდაპირველად დამატებული KMnO_4 გაუფერულდა, განსაზღვრას იმეორებენ გაორმაგებული რაოდენობა KMnO_4 -ით, ანდა საანალიზოდ იღებენ წყლის ნაკლებ მოცულობას, რომელსაც გამოხდილი წყლით ავსებენ 100 მლ-მდე.

წყლის პერმანგანატულ ინდექსს ითვლიან ფორმულით

$$\frac{(V_1N_1 - V_2N_2) \cdot 8 \cdot 1000}{a} \text{ მგ O/ლ,}$$

სადაც V_1 და N_1 KMnO_4 -ის, V_2 და N_2 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ის მოცულობები და ნორმალობებია (V_1 KMnO_4 -ის საერთო მოცულობაა), a – საანალიზო წყლის მოცულობა მლ-ში.

VI. დაჟანგვა-აღდგენის მეთოდი. იოდმეტრია

6.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო

ჟანგვის ნორმალური პოტენციალის მიხედვით, იოდს შუალედური ადგილი უკავია ძლიერ აღმდგენელ და მჟანგავ ნივთიერებებს შორის ($E^0 = 0,53$ ვ), რაც იოდმეტრული მეთოდით მათი განსაზღვრის საშუალებას იძლევა. ნივთიერებათა აღდგენილი ფორმების (S^{2-} , SO_3^{2-} , AsO_3^{3-} და სხვა) განსაზღვრისათვის ტიტრანტად გამოყენებულია I_2 -ის სამუშაო ხსნარი. მჟანგავი ბუნების ნივთიერებების (Cl_2 , O_3 , Cu^{2+} , $Cr_2O_7^{2-}$ და სხვა) განსაზღვრა დაფუძნებულია $Na_2S_2O_3$ -ის ხსნარით მათ მიერ KI -დან ეკვივალენტური რაოდენობით გამოყოფილი I_2 -ის გატიტვრაზე.

იოდმეტრული განსაზღვრებისთვის ოპტიმალურია ნეიტრალური, ან სუსტი მჟავა არე. ძლიერ მჟავა არეში შესაძლებელია იოდიდ-იონის დაჟანგვა ჰაერის ჟანგბადით. ტუტე არეში გართულების მიზეზი შეიძლება გახდეს წარმოქმნილი IO^- .

იოდმეტრიაში შეცდომის შესაძლო წყაროა იოდის აქროლადობა. ამიტომ განსაზღვრები ტარდება ოთახის ტემპერატურაზე. ამავე მიზნით, იოდშემცველ ხსნარებში შეაქვთ KI , რომელიც იოდთან წარმოქმნის არააქროლად ტრიიოდიდს. შეცდომის მნიშვნელოვანი წყაროა აზოტის ოქსიდები, რომელთა თანაობისას კატალიზურად იჟანგება იოდიდ-იონი. საანალიზო ხსნარიდან აზოტის ოქსიდების მოცილება შესაძლებელია შარდოვანას საშუალებით.

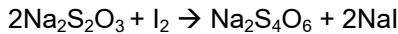
ანალიზურ პრაქტიკაში იოდმეტრიის ფართო დანერგვა, სხვა ფაქტორებთან ერთად, განაპირობა მაღალმგრძობიარე ინდიკატორის – სახამებლის გამოყენებამ. სახამებლის სუსპენზია, ან კოლოიდური ხსნარი I_2 -თან, KI -ის თანაობისას, დღემდე არცთუ ბოლომდე დადგენილი მექანიზმით, წარმოქმნის ინტენსიურ ლურჯად შეფერილ ნაერთს.

საანალიზო ხსნარში ინდიკატორი შეაქვთ ეკვივალენტობის ნერტილის ახლოს, ღია ყვითელი ფერის მიღწევის შემდეგ. საწყის

ეტაპზე, იოდის მაღალი კონცენტრაციის შემთხვევაში, შესაძლოა იოდ-სახამებლის გამოლექვა, რაც გაართულებს ეკვივალენტობის ნერტილის დადგენას.

6.2. სამუშაო და სტანდარტული ხსნარები. ინდიკატორი

0,1 N თიოსულფატის სამუშაო ხსნარი. იოდმეტრიაში სამუშაოდ გამოყენებულია ნატრიუმის თიოსულფატის ხსნარი, რომლის მოლეკვივალენტი ფარდობითი მოლეკულური მასის (248,18) ტოლია



თიოსულფატის ხსნარი არ გამოირჩევა მდგრადობით. სუსტ მჟავა არეშიც კი, რომლის წყარო შეიძლება იყოს ჰაერის CO_2 , იშლება გოგირდის გამოყოფით. მოსალოდნელი გართულების აცილება შესაძლებელია ხსნარში 0,5-1 გ/ლ Na_2CO_3 შეტანით, რომელიც ბოჭავს წყალბად იონებს. თიოსულფატის დაშლის მიზეზი შესაძლოა გახდეს თიობაქტერიებიც. ამიტომ ახლად დამზადებულ სამუშაო ხსნარში სასურველია 0,5-1 მლ ანტისეპტიკის – ქლოროფორმის შეტანა.

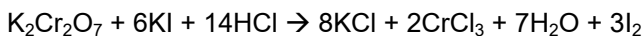
თიოსულფატის სამუშაო ხსნარის მოსამზადებლად უნდა გამოვიყენოთ ორჯერ გამოხდილი ან დეიონიზირებული წყალი, რადგან ლაბორატორიაში წყლის ელექტროსახდელი აპარატით მიღებული დისტილატი დაბინძურებულია Cu^{2+} -ით, რომელიც აკატალიზებს თიოსულფატის დაჟანგვას ჰაერის ჟანგბადით.

თიოსულფატი კრისტალჰიდრატი ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, M_r 248,18), ჰაერზე ადვილად იფიტება, ამიტომ სამუშაო ხსნარის მოსამზადებლად საჭიროა მისი გადაკრისტალება. ერთი ლიტრი 0,1 N ხსნარის დასამზადებლად 24,82 გ მარილს ხსნიან 100-150 მლ გამოხდილ წყალში და ავსებენ ერთ ლიტრამდე. სამუშაო ხსნარის კონცენტრაციას ადგენენ 0,1 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, KIO_3 -ის ან სხვა სტანდარტული ხსნარების გამოყენებით.

0,1 N კალიუმის ბიქრომატის სტანდარტული ხსნარი.

$K_2Cr_2O_7$ ერთ-ერთი საუკეთესო სტანდარტული ნივთიერებაა. საჭიროების შემთხვევაში მისი გასუფთავება ადვილია გადაკრისტალლებით, ხსნარი კი გამორჩეულია მდგრადობით. $K_2Cr_2O_7$ -ის მოლეკვივალენტი 49,0320-ის ტოლია (M_r 294,19).

$K_2Cr_2O_7$ და KI-ს შორის მიმდინარე რეაქციისათვის საჭიროა მჟავა არე



0,1 N $Na_2S_2O_3$ -ის სამუშაო ხსნარის სტანდარტიზაციისათვის კონუსურ კოლბაში იღებენ 10,0 ან 20,0 მლ 0,1 N $K_2Cr_2O_7$ -ის სტანდარტულ ხსნარს, აზავებენ დაახლოებით 30-40 მლ-მდე, უმატებენ 5 მლ 1:1 განზავებულ HCl, 1 გ-მდე KI-ს, ურევენ და 5-10 წუთის შემდეგ გამოყოფილ იოდს ტიტრავენ $Na_2S_2O_3$ -ით. 0,5-1 მლ სახამებელი საანალიზო ხსნარში შეაქვთ იოდის ძირითადი ნაწილის გატიტრის შემდეგ. რეაქციის შედეგად წარმოქმნილი Cr^{3+} -ის გამო ეკვივალენტობის წერტილში ხსნარს ღია მწვანე ფერი ექნება.

თიოსულფატის ხსნარის ნორმალობას ანგარიშობენ ფორმულით

$$N_1 = \frac{N_2 V_2}{V_1},$$

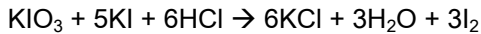
სადაც N_1 და V_1 $Na_2S_2O_3$ -ის, N_2 და V_2 $K_2Cr_2O_7$ -ის ნორმალობები და მოცულობებია მლ-ში.

$Na_2S_2O_3$ -ის ნორმალობა შეიძლება დავადგინოთ $K_2Cr_2O_7$ -ის წონაკითაც. ანალიზურ სასწორზე წონიან 200 მგ-მდე $K_2Cr_2O_7$ -ს, უდანაკარგოდ გადააქვთ 250 მლ კონუსურ კოლბაში, უმატებენ 2 გ-მდე KI-ს, 40-50 მლ გამოხდილ წყალს და 5 მლ კონცენტრირებულ HCl. ნარევს აყოვნებენ 8-10 წუთი და ტიტრავენ $Na_2S_2O_3$ -ის ხსნარით, რომლის ნორმალობას ითვლიან ფორმულით

$$N = \frac{1000 \cdot g}{49,93 \cdot V},$$

სადაც N და V $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -ის ნორმალობა და მოცულობაა, g – $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ -ის წონაკის მასა, 49,04 – მისი მოლეკუვალენტი.

0,1 N კალიუმის იოდატის სტანდარტული ხსნარი. KIO_3 -ის მოლეკუვალენტი 35,67-ის ტოლია. 0,1 N ხსნარის მოსამზადებლად ანალიზურ სასწორზე წონიან 3,5670 გ KIO_3 -ს, უდანაკარგოდ გადააქვთ საზომ კოლბაში და ავსებენ ერთ ლიტრამდე. KIO_3 მჟავა არეში KI -დან გამოყოფს იოდს, რომელიც იტიტრება თიოსულფატით.

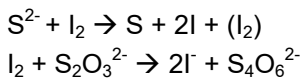


0,01 N იოდის სტანდარტული ხსნარი. იოდის მოლეკუვალენტი 126,9044-ის ტოლია. 0,01 N ხსნარის მოსამზადებლად ბიუქსში წონიან 1,2690 გ სუბლიმირებულ იოდს, უმატებენ რამდენიმე მლ კონცენტრირებული KI -ის ხსნარს, გამობდილი წყლის მცირე ულუფებით უდანაკარგოდ გადააქვთ საზომ კოლბაში და ავსებენ ერთ ლიტრამდე. იოდის ტიტრიან ხსნარს იყენებენ როგორც სტანდარტად, ისე სამუშაოდ.

ინდიკატორი. მიხეხილსაცობიან სინჯარაში იღებენ 0,5 გ-მდე სახამებელს, უმატებენ 10-15 მლ გამობდილ წყალს და ენერგიულად ანჯღრევენ. მიღებული სუსპენზია შეაქვთ 80მლ-მდე მდულარე წყალში და ადუღებენ 1-2 წუთი. ინდიკატორის მდგრადობის გაზრდის მიზნით რეკომენდებულია ანტისეპტიკის დამატება, თუმცა პრაქტიკაში ამჯობინებენ ახლად დამზადებული სახამებლის გამოყენებას.

6.3. სულფიდ-იონის განსაზღვრა

სულფიდ-იონი სუსტ მჟავა არეში იჟანგება I_2 -ით. რეაქციაში შეუსვლელ იოდს უკუტიტრავენ თიოსულფატის ხსნარით.



გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,01 N I₂;
2. 0,01 N Na₂S₂O₃;
3. 50 %-იანი CH₃COOH;
4. სახამებლის 0,5 %-იანი სუსპენზია.

ანალიზის მსვლელობა. 200-250 მლ მოცულობის მქონე მიხეხილსაცობიან კოლბაში ათავსებენ საანალიზო ხსნარს, რომელშიც სულფიდ-იონის შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 2-3 მგ, საჭირო შემთხვევაში ავსებენ 50 მლ-მდე, უმატებენ 2 მლ 50%-იან ძმარმჟავას და 20,0 მლ 0,01 N I₂-ის ხსნარს. კოლბას ახურავენ საცობს, ურევენ და 8-10 წუთის შემდეგ დარჩენილ I₂-ს მიღებული წესით უკუტიტრავენ Na₂S₂O₃-ით. საანალიზო ხსნარში S²⁻-ის შემცველობას (g) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = (N_1V_1 - N_2V_2) \cdot 16 \text{ მგ S}^{2-}$$

სადაც N₁ და V₁ I₂-ის, N₂ და V₂ Na₂S₂O₃-ის ნორმალობები და მოცულობებია, 16 – S²⁻-ის მოლეკუვალენტი.

ამავე მეთოდით შესაძლებელია მინერალურ წყლებში H₂S-ის განსაზღვრა.

6.4. სპილენძის (II) განსაზღვრა

სპილენძის შემცველ მადნებში, შენადნობებში და სხვა, სპილენძის განსაზღვრისათვის გამოყენებულია იოდმეტრული მეთოდი. სუსტ მჟავა არეში (4,5-5,0) Cu²⁺ KI-დან გამოყოფს I₂, რომელიც იტიტრება Na₂S₂O₃-ით. რეაქცია ბოლომდე მიდის CuI-ის ნალექის წარმოქმნის გამო



გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,1 N Na₂S₂O₃;
2. KI (მყარი);
3. 1:1 განზავებული NH₄OH;

4. 80 %-იანი CH_3COOH ;
5. სახამებლის 0,5%-იანი სუსპენზია წყალში.

ანალიზის მსვლელობა. 100 მგ-მდე Cu^{2+} -ის შემცველ ხსნარს ათავსებენ 200-250 მლ მოცულობის მქონე კონუსურ კოლბაში, გამოხდილი წყლით აზავებენ 30-40 მლ-მდე და უმატებენ NH_4OH -ს ლურჯი ფერის სპილენძის ამიაკატის წარმოქმნამდე. ხსნარს ჯერ გაუფერულებამდე მცირე ულუფებით უმატებენ CH_3COOH -ს, შემდეგ დამატებით შეაქვთ მჟავას 2-3 მლ და რამდენიმე მლ გამოხდილ წყალში გახსნილი 2-3 გ KI . 3-5 წუთის შემდეგ გამოყოფილ I_2 -ს ტიტრავენ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -ით 1-2 მლ სახამებლის თანაობისას მიღებული წესით.

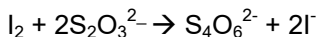
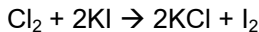
საანალიზო სინჯში Cu^{2+} -ის შემცველობას (გ) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = N \cdot V \cdot 31,8 \text{ მგ,}$$

სადაც N და V $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -ის ნორმალობა და მოცულობაა მლ-ში, 31,8 – Cu^{2+} -ის მოლეკუივალენტი.

6.6. სასმელ წყალში ნარჩენი ქლორის განსაზღვრა

სასმელ წყალს გაუენებლობის მიზნით ამუშავებენ ქლორით, რომლის ნარჩენი რაოდენობა ლიმიტირებულია (0,3 მგ/ლ), ამიტომ საჭიროა კონტროლი. ამ მიზნით გამოყენებულია იოდმეტრული მეთოდი, რომელიც Cl_2 -ით KI -დან გამოძევებული I_2 -ის განსაზღვრაზეა დამყარებული. O_3 , NO_2^- და Fe^{3+} -ის გავლენის აცილების მიზნით, რომლებიც მჟავა არეში KI -დან აძევენ I_2 , ნარჩენ ქლორს ტიტრავენ სუსტ მჟავა არეში (pH 4,5).



გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,01 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;
2. KI (მყარი);

3. ბუფერული ხსნარი, pH 4,5. 102 მლ 1 M CH₃COOH და 98 მლ 1 M CH₃COONa-ის ნარევეს გამოხდილი წყლით ავსებენ ერთ ლიტრამდე;
4. სახამებლის 0,5%-იანი სუსპენზია წყალში.

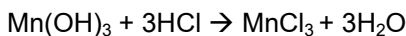
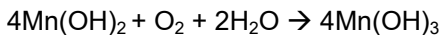
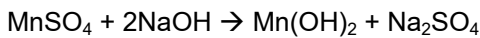
ანალიზის მსვლელობა. 350-400 მლ მოცულობის მქონე მიხე-ნილსაცობიან კონუსურ კოლბაში ათავსებენ 200მლ საანალიზო სინჯს, უმატებენ რამდენიმე მლ წყალში გახსნილ 200-250მგ KI-ის ხსნარს, 10 მლ ბუფერულ ხსნარს, ურევენ და თავდახურულ მდგომარეობაში აყოფენ 10-12 წუთი. გამოყოფილ I₂-ს ტიტრავენ 0,01 N Na₂S₂O₃-ით მიკრობიურეტის გამოყენებით, სახამებლის სუსპენზიის თანაობისას. ნარჩენი Cl₂-ის შემცველობას (g) ანგარიშობენ ფორმულით

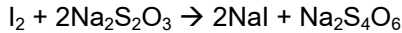
$$g = \frac{N \cdot V \cdot 35,5 \cdot 1000}{a} \text{ მგ Cl}_2/\text{ლ},$$

სადაც N და V Na₂S₂O₃-ის ნორმალობა და მოცულობაა მლ-ში, 35,5 – ქლორის მოლეკვივალენტი, a – საანალიზოდ აღებული წყლის მოცულობა მლ-ში.

6.5. წყალში გახსნილი ჟანგბადის განსაზღვრა

წყლის ხარისხის მაჩვენებელ პარამეტრებს შორის ერთ-ერთია გახსნილი ჟანგბადის კონცენტრაცია. მისი დაბალი შემცველობის მთავარი მიზეზი წყლის ანთროპოგენური დაბინძურებაა. ანალიზურ პრაქტიკაში გახსნილი ჟანგბადის რამდენიმე ვარიანტია გამოყენებული, მათ შორის უძველესია ვინკლერის იოდმეტრული მეთოდი. მეთოდი დაფუძნებულია გახსნილი ჟანგბადით Mn²⁺-ის დაჟანგვაზე Mn³⁺-მდე, რომელიც KI-დან აძევენ I₂.





გამოყენებული რეაგენტები:

1. 40 გ $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -ს ხსნარი 100 მილილიტრ გამოხდილ წყალში;
2. 70 გ KOH -ის და 15 გ KI -ის ნარევის ხსნარი 100 მილილიტრში;
3. 1:4 განზავებული H_2SO_4 ;
4. 0,01 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;
5. სახამებლის 0,5%-იანი სუსპენზია წყალში.

ანალიზის მსვლელობა. საანალიზო სინჯს, ჰაერთან მაქსიმალურად შეზღუდული კონტაქტის პირობებში, იღებენ წინასწარ დაკალიბრებულ 150-200 მლ მოცულობის მქონე მიხეხილსაცობიან ჭურჭელში. სინჯს პიპეტით უმატებენ 2-2 მლ MnSO_4 -ს და $\text{KOH}+\text{KI}$ -ის ნარევს. ხსნარს თავდახურულ მდგომარეობაში აყოვნებენ 0,5-1 საათით, უმატებენ 10 მლ H_2SO_4 -ს და ნალექის გახსნის შემდეგ გამოყოფილ იოდს ტიტრირავენ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -ით. წყალში გახსნილი ჟანგბადის კონცენტრაციას (**g**) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = \frac{N \cdot V \cdot 8 \cdot 1000}{V_1 - V_2} \text{ მგ O}_2/\text{ლ},$$

სადაც **N** და **V** $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -ის ნორმალობა და მოცულობაა მლ-ში, **V**₁ და **V**₂ – საანალიზოდ აღებული წყლისა და დამატებული რეაგენტების საერთო მოცულობა მლ-ში, **8** – ჟანგბადის მოლეკულის ექვივალენტი.

VII. დალექვის მეთოდი. არგენტომეტრია

7.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო

მოცულობითი ანალიზის დალექვის მეთოდში სამუშაოდ გამოყენებულია ვერცხლის ნიტრატის ხსნარი, რომელიც Cl^- , Br^- , I^- და ზოგიერთ სხვა ანიონთან წარმოქმნის ძნელად ხსნად ნალექს ($L = 1,6 \cdot 10^{-10} - 2,7 \cdot 10^{-17}$). ეკვივალენტობის წერტილის დასადგენად სარგებლობენ K_2CrO_4 -ის ხსნარით, რომელიც ჭარბ ტიტრანტთან იძლევა Ag_2CrO_4 -ის აგურისფერ-წითელ ნალექს. თეორიულად საანალიზო ხსნარში ინდიკატორის ოპტიმალური კონცენტრაცია $0,01\text{N}$ უნდა იყოს. რადგან Ag_2CrO_4 მჟავებში ხსნადია, გატიტვრებს ატარებენ ნეიტრალურ ან სუსტ ტუტე გარემოში ($\text{pH} = 7-10$).

ანალიზურ პრაქტიკაში არგენტომეტრია (მორის მეთოდი) საერთაშორისო და ნაციონალური სტანდარტებით რეკომენდებულია სასმელ, ბუნებრივ და ჩამდინარე წყლებში ქლორიდ-იონის განსასაზღვრად. მეთოდი საშუალებას იძლევა წინასწარი კონცენტრირება-განზავების გარეშე განისაზღვროს $2-400$ მგ/ლ ქლორიდ-იონი. Cl^- -ის განსაზღვრის არგენტომეტრული მეთოდი პრაქტიკულად სპეციფიკურია. ბუნებრივ წყლებში ხელისშემშლელი ანიონებიდან CN^- და SCN^- -ის არსებობა გამორიცხულია, ხოლო I^- და Br^- მცირე შემცველობის გამო, ანალიზის შედეგზე გავლენას ვერ მოახდენს.

7.2. ქლორიდ-იონის განსაზღვრა ბუნებრივ წყლებში

ქლორიდ-იონი ბუნებრივი წყლების მუდმივი შემადგენელი კომპონენტია, რომლის კონცენტრაცია დიდ დიაპაზონში მერყეობს. საანალიზო სინჯის მოცულობა იმ ვარაუდით უნდა შეირჩეს, რომ გატიტვრაზე დაიხარჯოს $4-5$ მლ-ზე მეტი და $15-20$ მლ-ზე ნაკლები საშუაო ხსნარი. საანალიზო სინჯს უნდა ჰქონდეს ნეიტრალური ან სუსტი ტუტე რეაქცია. საჭირო შემთხვევაში წყლის მჟავიანობის კორექტირება შესაძლებელია განზავებული HNO_3 ან NH_4OH -ით.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,1 N AgNO₃. 17,0 გ თერმოსტატში 105°C გამომშრალ მარილს ხსნიან 100-150 მლ ორჯერ გამობდილ წყალში, გადააქვთ საზომ კოლბაში და ავსებენ ერთ ლიტრამდე. სამუშაო ხსნარის ზუსტ ნორმალობას ადგენენ 0,1 N NaCl-ის ხსნარით.
2. K₂CrO₄-ის 10 %-იანი წყალხსნარი.

ანალიზის მსვლელობა. 50-100 მლ საანალიზო სინჯს, რომლის pH 7 – 10 ფარგლებში უნდა იყოს, ათავსებენ 250მლ მოცულობის კონუსურ კოლბაში, უმატებენ 0,5მლ 10%-იან K₂CrO₄-ს ხსნარს და ტიტრავენ 0,1 N AgNO₃-ით მონიტალო-ავურისფერი ნალექის მიღებამდე. საანალიზო წყალში Cl⁻-ის შემცველობას (g) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = \frac{N \cdot V \cdot 35,5 \cdot 1000}{a} \text{ მგ/ლ Cl}^-,$$

სადაც N და V AgNO₃-ის ნორმალობა და მოცულობაა მლ-ში, a – საანალიზოდ აღებული წყლის მოცულობა მლ-ში, 35,5 – Cl⁻-ის მოლეკუივალენტი.

პრაქტიკაში გამოყენებულია Cl⁻-ის არგენტომეტრული განსაზღვრის ფოლჰარდის ვარიანტიც. აზოტმჟავით სუსტად შემჟავებულ სინჯს უმატებენ AgNO₃-ის 0,1 N ხსნარს ჭარბი, განსაზღვრული რაოდენობით. რეაქციაში შეუსვლელ AgNO₃-ს უკუტიტრავენ 0,1 N NH₄SCN-ის ხსნარით რკინის (III) სულფატის ან ნიტრატის თანაობისას.

VIII. მერკურიმეტრია

8.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო

ვერცხლისწყლის (II) ხსნადი მარილების უმეტესობა კომპლექსური ბუნებისაა და არ არის დისოცირებული. გამონაკლისია მხოლოდ ნიტრატები და პერქლორატები. მათი ანომალური თვისება უდევს საფუძვლად მერკურიმეტრიას. მერკურიმეტრიაში სამუშაო ხსნარად გამოყენებულია $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, რომელიც უფრო ხელმისაწვდომია, ვიდრე $\text{Hg}(\text{ClO}_4)_2$.

უსუსტ აზოტმჟავა არეში Hg^{2+} Cl^- -თან წარმოქმნის არადისოცირებულ HgCl_2 -ს (უმდგრადობის მუდმივას მაჩვენებელი 14).



მერკურიმეტრული მეთოდი გამოყენებულია ბუნებრივ და ჩამდინარე წყლებში, ნიადაგის ხსნარებში, ბიოგენური ნივთიერებების დანაცრების პროდუქტებში და სხვა ობიექტებში ქლორიდიონის განსასაზღვრად. ინდიკატორად გამოყენებულია დიფენილკარბაზონი, რომელიც საშუალებას იძლევა 0,1-0,001 N $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ ხსნარებით ვიმუშაოთ.

ეკვივალენტობის წერტილის ზუსტად ფიქსირებისათვის რეკომენდებულია ხსნარის pH იყოს 2,5-3 შორის. უფრო დაბალ pH-ზე მიიღება გადიდებული, ხოლო pH > 4-ზე – შემცირებული შედეგები. სათანადო მჟავიანობას ქმნიან განზავებული HNO_3 -ით და აკონტროლებენ შიგა ინდიკატორით (ბრომფენოლლურჯი ან β დინიტროფენოლი), ანდა უნივერსალური ინდიკატორის ქალაღდით.

ბუნებრივ ობიექტებში ქლორიდიონის განსაზღვრის მერკურიმეტრული მეთოდი პრაქტიკულად სპეციფიკურია. ხელის შემშლელი ანიონებიდან ბუნებრივ ობიექტებში CN^- და SCN^- არსებობა გამორიცხებულია, Br^- და I^- -ის კონცენტრაციები კი 100-ჯერ და 1000-ჯერ ნაკლებია Cl^- -ის შემცველობაზე.

8.2. ქლორიდ-იონის განსაზღვრა

გამოყენებული რეაგენტები:

1. $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ -ის 0,1 N ხსნარი. 8,5 გ $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ -ს ხსნიან 100-150 მლ გამობდილ წყალში, რომელსაც დამატებული აქვს ერთი მლ კონცენტრირებული HNO_3 და ავსებენ 0,5 ლ-მდე. ხსნარის ზუსტ კონცენტრაციას ადგენენ NaCl -ის სტანდარტული ან HCl -ის სამუშაო ხსნარით. ძირითადი სამუშაო ხსნარის 10-ჯერადი განზავებით ამზადებენ $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ -ის 0,01 N სამუშაო ხსნარს;
2. დიფენილკარბაზონის 0,05%-იანი ეთანოლხსნარი;
3. 1 N HNO_3 .

ანალიზის მსვლელობა. 50,0 მლ-მდე სინჯი, რომელშიც Cl^- -ის სავარაუდო შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 4-5 მგ, შეაქვთ 200-250 მლ მოცულობის მქონე კოლბაში და HNO_3 -ით pH მიჰყავთ 2,5-3-მდე (სინჯი უნივერსალური ინდიკატორიანი ქაღალდით), უმატებენ რამდენიმე წვეთ დიფენილკარბაზონის ხსნარს და ტიტრავენ 0,01 N $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ -ით სუსტი იისფერის მიღებამდე.

საანალიზო სინჯში Cl^- -ის შემცველობას (გ) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = N \cdot V \cdot 35,5 \text{ მგ } \text{Cl}^-$$

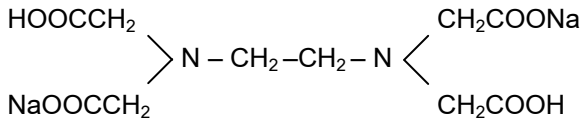
სადაც N და V $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ -ის ნორმალობა და მოცულობაა მლ-ში, 35,5 – Cl^- -ის მოლეკუივალენტი.

თუ საანალიზო სინჯში Cl^- -ის შემცველობა 3-5 მგ/ლ-ზე ნაკლებია, საჭირო ხდება მისი კონცენტრირება აორთქლებით K_2CO_3 -ის თანაობისას და კონცენტრატის გასატიტრად მიკრობიურეტის გამოყენება.

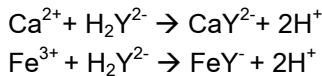
IX. კომპლექსონმეტრია

9.1. მეთოდის პრინციპი, გამოყენების სფერო

კომპლექსონმეტრია მოცულობითი ანალიზის შედარებით ახალი დარგია. მეთოდი დაფუძნებულია ორგანული ლიგანდებით (კომპლექსონებით) მდგრადი, ხსნადი შიგაკომპლექსური ნაერთების წარმოქმნის რეაქციებზე. დღეისათვის სინთეზირებული ასობით კომპლექსონიდან მოცულობით ანალიზში, სამუშაო ხსნარის მახასიათებელი პარამეტრებით, გამორჩეულია ეთილენდიამინ-ტეტრაძმარმჟავას ორჩანაცვლებული ნატრიუმის მარილი ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, ტრილონ B, კომპლექსონ III).

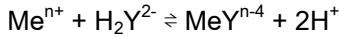


წყალხსნარში $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ არსებობს ორმუხტიანი ანიონის სახით (H_2Y^{2-}), რომელიც ორ- და მეტ მუხტიან კათიონებთან, მიუხედავად მათი დაჟანგულობის ხარისხისა, კომპლექსონატებს წარმოქმნის Me : lig-ის მოლური თანაფარდობით 1:1.



კომპლექსონების ამ თავისებურების გამო, თუ სამუშაო ხსნარის კონცენტრაცია გამოსახულია ნორმალობით, კათიონების მოლ-ეკვივალენტი, მიუხედავად მათი ვალენტობისა, Ar:2-ის ტოლი იქნება. კომპლექსონმეტრიაში ზოგჯერ ამჯობინებენ ხსნარების კონცენტრაცია გამოსახონ მოლობით (M). მაშინ კათიონების მოლ-ეკვივალენტი ყოველთვის Ar-ის ტოლი იქნება.

კომპლექსონატების წარმოქმნის რეაქცია შექცევადია, რომლის მართვა ადვილია წყალბად-იონების კონცენტრაციის რეგულირებით.



pH-ის გაზრდით კომპლექსონატების მდგრადობა იზრდება და პირიქით. ამიტომ, ჩვეულებრივ, კომპლექსონმეტრულ გატიტრებს ატარებენ ტუტე, ზოგჯერ ტუტე ბუფერულ გარემოში. ტუტე გარემოს ქმნიან 2 NaOH ან KOH-ით, ტუტე ბუფერულ გარემოს (pH 10,5) კი NH₄Cl და NH₄OH-ის ნარევი.

9.2. სამუშაო და დამხმარე ხსნარები

კომპლექსონმეტრული მეთოდის მაღალი მგრძობიარობის გამო, სამუშაო და დამხმარე ხსნარების მოსამზადებლად უნდა გამოვიყენოთ ორჯერ გამოხდილი, ან დეიონიზირებული წყალი და ქიმიურად სუფთა რეაქტივები.

1. კომპლექსონ (III)-ის 0,1 და 0,01 N ხსნარები. ქიმიურად სუფთა რეაგენტიდან კომპლექსონ III-ის 0,1 N ხსნარის მოსამზადებლად 18,6100 გ Na₂H₂Y (Mr 372,2) გადააქვთ ქიმიურ ჭიქაში და ხსნიან 100-150 მლ გამოხდილ წყალში. მიღებული ხსნარის მოცულობა, ჭიქის ნარეცხი წყლით საზომ კოლბაში მიჰყავთ 1,0 ლიტრამდე. სხვა შემთხვევაში 18,6 გ Na₂H₂Y-სგან ამზადებენ დაახლოებით 0,1 N ხსნარს, რომლის ზუსტ ნორმალობას ადგენენ ZnCl₂-ის, ან სხვა სტანდარტული ხსნარით.

0,1 N Na₂H₂Y-ის ათჯერადი განზავებით ამზადებენ კომპლექსონ III-ის 0,01 N ხსნარს.

2. ZnCl₂-ის სტანდარტული ხსნარი. 0,1 N ZnCl₂-ის ხსნარის მოსამზადებლად ტექნიკურ სასწორზე წონიან 3,2-3,3 გ თუთიის მარცვლებს. ხსნიან მცირე მოცულობა 1:1 განზავებულ HCl-ში და ხსნარის მოცულობა გამოხდილი წყლით მიჰყავთ ერთ ლიტრამდე. ZnCl₂-ის ზუსტ ნორმალობას ანგარიშობენ ფორმულით

$$N = g : 32,69,$$

სადაც *g* თუთიის ზუსტი წონაკია გ-ით, 32,69 – მისი მოლეკუ ვალენტი.

3. ნატრიუმის ტუტის 2 N ხსნარი. 40 გ NaOH-ს ფრთხილად ხსნიან 100-150 მლ გამოხდილ წყალში და ავსებენ 0,5 ლ-მდე.
4. ბუფერული ხსნარი (pH 10,5). 20 გ NH₄Cl-ს ხსნიან 100-150 მლ გამოხდილ წყალში, უმატებენ 100 მლ 20%-იანი NH₄OH-ს და ავსებენ ერთ ლიტრამდე. შესაძლო მინარევებისაგან ამიაკი უნდა გასუფთავდეს გადადენით, ან იზოთერმული დისტილაციის მეთოდით.

9.3. მეტალინდიკატორები კომპლექსონმეტრიაში

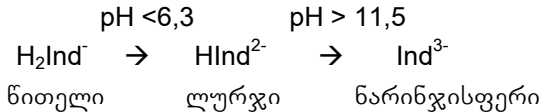
კომპლექსონმეტრიაში გამოყენებული მეტალქრომული ინდიკატორები მრავალფუძიანი ლიგანდებია, რომლებიც მეტალიონებთან წარმოქმნიან განსხვავებული შეფერილობის ნაერთებს. ხსნარის მუჟიანობის მიხედვით იცვლება მათი ფორმები და, შესაბამისად, შეფერილობები, რაც კომპლექსონმეტრული ტიტვრის დროს მხედველობაშია მისაღები. მრავალრიცხოვანი მეტალინდიკატორებიდან პრაქტიკაში ყველაზე მეტად გამოყენებულია მურექსიდი და ერიოქრომშავი.

მურექსიდი. მურექსიდი მენამულის მჟავას ამონიუმის მარილია (NH₄H₄Ind). ნეიტრალურ და სუსტ ტუტე გარემოში წარმოქმნის ნითელ-იისფრად შეფერილ H₄Ind⁻, რომელიც pH 9-ზე გადადის იისფერ ფორმაში (H₃Ind²⁻). ძლიერ ტუტე გარემოში (pH >11) წარმოიქმნება ლურჯი ფერის სამმუხტიან ანიონი. მურექსიდის თანაობისას Ca²⁺, Cu²⁺, Ni²⁺ და სხვ. კომპლექსონმეტრულ გატიტვრებს ატარებენ ძლიერ ტუტე გარემოში. განზავებული ტიტრანტის გამოყენების შემთხვევაში, ეკვივალენტობის წერტილის დადგენის გაადვილების მიზნით (ნითელი იისფერის გადასვლა ლურჯში) შესადაარებლად იყენებენ „მონმეებს“ (გაუტიტრავი და გადატიტრული საანალიზო ხსნარები).

ლაბორატორიულ პრაქტიკაში გამოყენებულია მურექსიდის მყარი ნარევი სუფრის მარილთან (თანაფარდობა 1:100), ან მისი 0,5%-იანი სუსპენზია ეთილენგლიკოლში. მყარ ნარევთან შედარე-

ბით სუსპენზიის უპირატესობაა ინდიკატორის ზუსტი დოზირების სიადვილე.

ერიოქრომშავი. ერიოქრომშავი და მისი ანალოგები (H_2Ind^-) დიოქსი-აზონაფთალინის ნაწარმებია. მურექსიდის მსგავსად, ხსნარის მჟავიანობის შეცვლით იცვლება მათი ფორმები და შეფერილობები.



Mg^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} და სხვ. კომპლექსონომეტრული გატიტრისას გამოყენებულია ინდიკატორის ლურჯი ფორმა ($HInd^{2-}$). საანალიზო ხსნარებში საჭირო ზღვრებში pH-ის შესანარჩუნებლად (pH 7-11) გამოყენებულია ბუფერული ხსნარი (pH 10,5).

კომპლექსონომეტრულ მეთოდში გამოყენებულია ერიოქრომშავის 0,5%-იანი ეთანოლხსნარი, ან მყარი ნარევი სუფრის მარილთან (მასური თანაფარდობა 1:100). ერიოქრომშავი მაღალმგრძობიარეა, ეკვივალენტობის წერტილში ფერის გადასვლა წითლიდან სუფთა ლურჯში მკვეთრია და მისი ფიქსირება ადვილია. ინდიკატორის ეთანოლხსნარი უმდგრადია. მისი დაძველების მაჩვენებელია ლურჯი ფერის ნაწილობრივ იისფერში გადასვლა. მიუხედავად იმისა, რომ არსებობს მდგრადი ინდიკატორის მომზადების მეთოდი, პრაქტიკაში ამჯობინებენ სამუშაოდ გამოიყენონ ახლად დამზადებული ხსნარი.

9.4. Na_2H_2Y -ის სტანდარტიზაცია. თუთიის განსაზღვრა

100-150 მლ მოცულობის მქონე კონუსურ კოლბაში შეაქვთ 20,0 მლ 0,1 ან 0,01 N $ZnCl_2$ -ის სტანდარტული ხსნარი, გამოხდილი წყლით აზავებენ 50 მლ-მდე, უმატებენ 5 მლ ბუფერულ ხსნარს, რამდენიმე წვეთ ერიოქრომშავის ხსნარს და ტიტრავენ შესაბამისი ნორმალობის Na_2H_2Y -ით წითელი ფერის სუფთა ლურჯ ფერში გადასვლამდე. Na_2H_2Y -ის ნორმალობას ანგარიშობენ ფორმულით

$$N_1 = \frac{N_2 \cdot V_2}{V_1},$$

სადაც N_1 და V_1 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ -ის, N_2 და V_2 ZnCl_2 -ის ხსნარების ნორმალობები და მოცულობებია მლ-ში.

ანალოგიურად ისაზღვრება თუთიის შემცველობა საანალიზო ხსნარში, რომლის რაოდენობას (g) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = N \cdot V \cdot 32,69 \text{ მგ } \text{Zn}^{2+},$$

სადაც N და V $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ -ის ნორმალობა და მოცულობაა მლ-ში, $32,69 - \text{Zn}^{2+}$ -ის მოლეკვივალენტი.

9.4. კალციუმის და მაგნიუმის განსაზღვრა

კალციუმის განსაზღვრა. კალციუმი ბუნებრივი წყლების მუდმივი შემადგენელი კომპონენტია. მისი განსაზღვრისათვის საანალიზო წყლის სინჯი, რომელშიც Ca^{2+} -ის შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 2-3 მგ, გადააქვთ 200 მლ მოცულობის მქონე კონუსურ კოლბაში და საჭირო შემთხვევაში გამოხდილი წყლით ანზავებენ 50 მლ-მდე. საანალიზო წყალში 2 მლ 2 N NaOH -ის და რამდენიმე წვეთი მურექსიდის სუსპენზიის შეტანის შემდეგ ტიტრავენ 0,01 N $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ -ის ხსნარით წითელი ფერის ლურჯში გადასვლამდე.

ჰიდროკარბონატულ მინერალურ წყლებში Ca^{2+} -ის განსაზღვრის გართულების მიზეზი შეიძლება გახდეს CaCO_3 -ის გამოლექვა სინჯში NaOH -ის დამატების შემდეგ. ჰიდროკარბონატიონის გავლენა შეიძლება ავიცილოთ HCl -ით მისი წინასწარი განეიტრალებით.

Ca^{2+} -ის შემცველობას წყალში (g) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = \frac{N \cdot V_1 \cdot 20 \cdot 1000}{a} \text{ მგ/ლ } \text{Ca}^{2+},$$

სადაც N და V_1 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ -ის ნორმალობა და მოცულობაა მლ-ში, 20 – Ca^{2+} -ის მოლეკვივალენტი, a – საანალიზოდ აღებული წყლის მოცულობა მლ-ში.

მაგნიუმის განსაზღვრა. წყლებში Mg^{2+} -ის შემცველობას ანგარიშობენ $Ca^{2+}+Mg^{2+}$ -ის და ცალკე Ca^{2+} -ის გატიტრებაზე დახარჯული Na_2H_2Y -ის მოცულობის სხვაობით.

წყალში $Ca^{2+}+Mg^{2+}$ ჯამური შემცველობის განსაზღვრისათვის საანალიზო სინჯი გადააქვთ 200 მლ მოცულობის მქონე კონუსურ კოლბაში და საჭირო შემთხვევაში გამოხდილი წყლით ავსებენ 50 მლ-მდე. საანალიზო სინჯს უმატებენ 5 მლ ბუფერულ ხსნარს, რამდენიმე წვეთ ერიოქრომშავს და ტიტრავენ 0,01 N Na_2H_2Y -ის ხსნარით წითელი ფერის ლურჯში გადასვლამდე. წყალში Mg^{2+} -ის შემცველობას (g) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = \frac{N(V_2 - V_1) \cdot 12,2 \cdot 1000}{a} \text{ მგ/ლ } Mg^{2+},$$

სადაც N Na_2H_2Y -ის ნორმალობაა, $V_2 - (Ca^{2+} + Mg^{2+})$ და $V_1 - Ca^{2+}$ -ის გატიტრებაზე დახარჯული მისი მოცულობები მლ-ში, 12,2 – Mg^{2+} -ის მოლეკვივალენტი, a – საანალიზოდ აღებული წყლის მოცულობა მლ-ში.

9.5. წყლის საერთო სიხისტის განსაზღვრა

საერთო სიხისტე განპირობებულია წყალში Ca^{2+} და Mg^{2+} საერთო შემცველობით. სიხისტე – სასმელად და ტექნიკური მიზნებისათვის განკუთვნილი წყლის ხარისხის მნიშვნელოვანი მაჩასათებელია. არსებული ნორმატივებით სასმელი წყლის საერთო სიხისტე არ უნდა აღემატებოდეს 7 მგ-ეკვ/ლ.

კომპლექსონმეტრული მეთოდით წყლის საერთო სიხისტის დასადგენად ისაზღვრება Ca^{2+} და Mg^{2+} -ის საერთო შემცველობა (იხილეთ Mg^{2+} -ის განსაზღვრა) და გატიტრებაზე დახარჯული Na_2H_2Y -ის მოცულობით (V_2) ანგარიშობენ საერთო სიხისტეს

$$\text{საერთო სიხისტე} = \frac{N \cdot V_2 \cdot 1000}{a} \text{ მგ-ეკვ/ლ,}$$

სადაც N და V_2 Na_2H_2Y -ის ნორმალობა და მოცულობაა, a – საანალიზოდ აღებული წყლის მოცულობა მლ-ში.

წყლის საერთო სიხისტის განსასაზღვრად შეიძლება გამოვიყენოთ გარდამავალი სიხისტის განსაზღვრის შემდეგ მიღებული ხსნარი. 5 მლ ბუფერული ნარევისა და რამდენიმე წვეთი ერიოქრომშავის დამატების შემდეგ $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ იტიტრება 0,01 N $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ -ით. ტუტე არეში ერიოქრომშავის ინდიკაცია, მეთილ ნარინჯის ან მეთილწითელის თანაობისას, განსაკუთრებით მკვეთრია.

9.6. ნიკელის განსაზღვრა

ნიკელი ერიოქრომშავთან წარმოქმნის უფრო მდგრად კომპლექსს, ვიდრე $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ -თან, ამიტომ მისი კომპლექსონმეტრული განსაზღვრისათვის გამოყენებულია უკუგატიტრების მეთოდი.

საანალიზო ხსნარს, რომელშიც Ni^{2+} -ის შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 3-5 მგ, უმატებენ 20,0 მლ 0,01 N $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, რამდენიმე წვეთ ერიოქრომშავის ხსნარს, ურევინ და ჭარბ კომპლექსონ III-ს უკუტიტრებენ 0,01 N ZnCl_2 -ის ხსნარით ლურჯი ფერის წითელში გადასვლამდე.

საანალიზო ხსნარში Ni^{2+} ის რაოდენობას (g) ანგარიშობენ ფორმულით

$$g = (N_1 \cdot V_1 - N_2 \cdot V_2) \cdot 29,35 \text{ მგ } \text{Ni}^{2+},$$

სადაც N_1 და V_1 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ -ის, N_2 და V_2 ZnCl_2 -ის ნორმალუბები და მოცულობებია მლ-ში, 29,35 – Ni^{2+} -ის მოლეკუვალენტია.

X. ანალიზის ფოტომეტრული მეთოდი

10.1. მეთოდის პრინციპი

ანალიზის ფოტომეტრული მეთოდი დაფუძნებულია ფოტომეტრული რეაგენტით განსასაზღვრავი ნივთიერების გადაყვანაზე სინათლის შთანთქმის ან გაფანტვის უნარის მქონე ნივთიერებაში. მიღებული ნაერთის (ფოტომეტრული ფორმა) მიერ შთანთქმული ან გაფანტული სინათლის ინტენსივობის შეფასება-გაზომვით ადგენენ განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობას.

ფოტომეტრული ფორმის შეფერვის ინტენსივობა (ოპტიკური სიმკვრივე, A) შეიძლება შევასოსთ ვიზუალური (კოლორიმეტრული), ან გაზომვით ინსტრუმენტული მეთოდების (ფოტომეტრია, სპექტროფოტომეტრია) გამოყენებით. ანალიზის ფოტომეტრული მეთოდი ემყარება ლამბერტ-ბუგერ-ბეერის კანონს, რომლის მიხედვით ხსნარის ოპტიკური სიმკვრივე შეფერილი ნივთიერების კონცენტრაციისა და ფენის სისქის პროპორციულია.

კოლორიმეტრული მეთოდით ხსნარის შეფერვის ინტენსივობის შეფასებისათვის შეიძლება გამოვიყენოთ სტანდარტული სერიების, კოლორიმეტრული გატიტრის, გათანაბრების და სხვა მეთოდები. ანალიზის ფოტომეტრულ და სპექტროფოტომეტრულ მეთოდებში ფოტომეტრული ფორმის მიერ შთანთქმული ელექტრომაგნიტური ტალღების ენერგია იზომება ინსტრუმენტული მეთოდებით. ფოტომეტრულ ანალიზში შესაძარებელ ხსნარად, ჩვეულებრივ, გამოყენებულია გამობდილი წყალი.

ფოტომეტრულ და სპექტროფოტომეტრულ განსაზღვრებს, იშვიათი გამონაკლისით, ატარებენ სპექტრის იმ უბანში ან ტალღაზე, სადაც ელექტრომაგნიტური ტალღების შთანთქმა მაქსიმალურია. ოპტიმალური ტალღის სიგრძე ($\lambda_{\text{მაქს}}$) მითითებულია სათანადო მეთოდიკაში. მისი დადგენა ადვილია საკვლევი ხსნარის ოპტიკური სიმკვრივის გაზომვით სხვადასხვა ტალღაზე.

საკვლევი და სტანდარტული ხსნარების კონცენტრაციები და მოცულობები იმ ვარაუდით უნდა შეირჩეს, რომ მიღებული ფოტომეტრული ფორმის ოპტიკური სიმკვრივე $0,1 - 0,8$ ფარგლებში იყოს. სხვა შემთხვევაში მისი ათვლის ცდომილება იქნება მაღალი. თუ საკონტროლო სიდიდე $0,8$ -ს აღემატება, უნდა შევამციროთ საანალიზო ხსნარის მოცულობა, გამოვიყენოთ ნაკლები ფენის სისქის კიუვეტი, ანდა განვაზაოთ საკვლევი ხსნარი. უნდა გვახსოვდეს, რომ რაც უფრო განზავებულია ხსნარი, მით ნაკლებია მისი მდგრადობა. ამიტომ ძირითად სტანდარტულ ხსნარს აზავებენ სამუშაოს დაწყების წინ.

ფოტომეტრულ და სპექტროფოტომეტრულ ანალიზში განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობას ითვლიან საკალიბრო გრაფიკზე, რომელსაც აგებენ მზარდი რაოდენობა სტანდარტული ხსნარის დამუშავებით მიღებული შედეგების გამოყენებით. გრაფიკის აგებისას მასშტაბები ისე უნდა შეირჩეს, რომ შედეგის ათვლა იყოს ადვილი. ხოლო მისი დახრილობის კუთხე აბცისასთან ახლოს იყოს 45° -თან მაშინ ათვლის ცდომილება იქნება მინიმალური.

10.2. ფოტომეტრული სიგნალის შეფასების და გაზომვის ტექნიკა

კოლორიმეტრია ანალიზის სწრაფი, მარტივი და ხელმისწვდომი მეთოდია. მეთოდის გამოყენება შესაძლებელია საველე პირობებშიც. ფოტომეტრული ფორმის შეფერვის ინტენსივობის შეფასება ხდება ვიზუალურად. ამ მიზნით გამოყენებულია სტანდარტული სერიების, კოლორიმეტრული გატიტვრის, გათანაბრების და სხვა ვარიანტები.

სტანდარტული სერიების მეთოდი. 20–25მლ მოცულობის მქონე ბრტყელძირა სინჯარებში (ნესლერის ცილინდრები) შეაქვთ მზარდი რაოდენობა სამუშაო სტანდარტული ხსნარი, გამოხდილი წყლით ავსებენ ერთნაირ მოცულობამდე და ურევენ ბურთულიანი მინის წკირით (თანმიმდევრობა – მზარდი კონცენტრაციის მიმართულებით). ხსნარს უმატებენ მეთოდიკით გათვალისწინებულ რეაგენტებს, ისევ ურევენ და საჭირო შემთხვევაში აყოვნებენ გან-

საზღვრული დრო. ანალოგიურ პირობებში ამუშავებენ საკვლევ ხსნარსაც. საკვლევი და სტანდარტული ხსნარების შეფერილობებს ადარებენ ვიზუალურად, თეთრ ფონზე.

თუ ფოტომეტრული ფორმა არამდგრადია, მაშინ სტანდარტული სერია და საანალიზო სინჯი უნდა დამუშავდეს სინქრონულად.

კოლორიმეტრული გატიტვის მეთოდი. ნესლერის ცილინდრში ათავსებენ საანალიზო ხსნარს, უმატებენ საჭირო რეაგენტებს და ურევენ ბურთულიანი მინის წკირით. მეორე ცილინდრში შეაქვთ საანალიზოდ აღებულ სინჯზე 0,5 – 1 მლ-ით ნაკლები მოცულობის გამობდილი წყალი, სათანადო რეაგენტები, ურევენ და მიკრობიურეტიდან მცირე ულუფობით უმატებენ სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს. სტანდარტული ხსნარის ყოველი ულუფის დამატების შემდეგ ურევენ და ადარებენ სინჯის შეფერილობას. პროცედურას აგრძელებენ ცილინდრებში ფერების გათანაბრებამდე. გატიტვრაზე დახარჯული სტანდარტული ხსნარის კონცენტრაციით და მოცულობით ითვლიან განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობას.

ფოტომეტრული სიგნალის გაზომვის ტექნიკა. ანალიზის ფოტომეტრულ და სპექტროფოტომეტრულ მეთოდში სპექტრის საჭირო უბნის ან ტალღის გამოყოფა ხდება შუქფილტრის და მონოქრომატორის საშუალებით.

მუშაობის პრინციპის მიხედვით ფოტომეტრები და სპექტროფოტომეტრები იყოფა ერთ- და ორსხივიან ხელსაწყოებად. მათი გამოყენების წესები მოცემულია ხელსაწყოთა თანმხლებ ინსტრუქციებში, რომლებსაც გულდასმით უნდა გავეცნოთ სამუშაოს დაწყების წინ.

10.3. საკალიბრო გრაფიკი. შედეგის გაანგარიშება ფოტომეტრულ ანალიზში

გრაფიმეტრული და მოცულობითი ანალიზის მეთოდებისაგან განსხვავებით, ანალიზის ფიზიკური და ფიზიკურ-ქიმიური მეთოდების

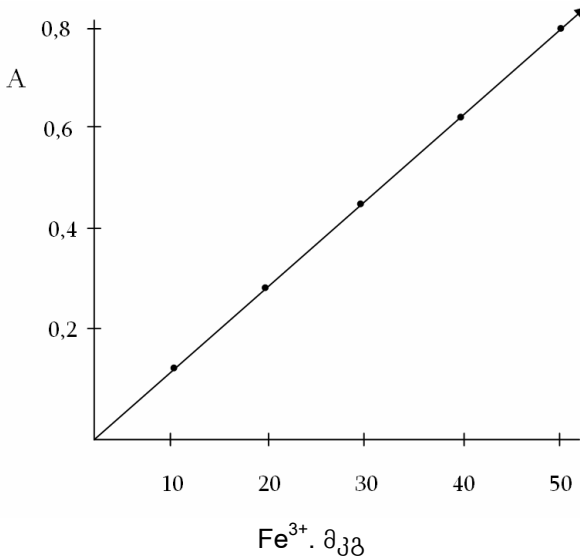
დებით ნივთიერების რაოდენობა კი არა, მისი კონცენტრაციის შესაბამისი სიგნალი იზომება. ანალიზის შემდგომ ეტაპზე საჭიროა მიღებული სიგნალის (ოპტიკური სიმკვრივე, ელგამტარობა, შთანთქმული ან გამოსხივებული ელექტრომაგნიტური ტალღების ენერგია და სხვა) გადათვლა ნივთიერებების რაოდენობაზე. ამ მიზნით გამოყენებულია საკალიბრო გრაფიკი, რომელიც გვიჩვენებს რაოდენობრივ კავშირს ანალიზურ სიგნალსა (ჩვენ შემთხვევაში ოპტიკური სიმკვრივე) და განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობას შორის.

საკალიბრო გრაფიკს აგებენ მზარდი რაოდენობა სტანდარტული ხსნარის დამუშავებით მიღებული შედეგების გამოყენებით. გრაფიკის აგებისას ანალიზური სიგნალისა და განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობების მასშტაბები ისე უნდა შეირჩეს, რომ შედეგის ათვლა იყოს ადვილი, ხოლო მისი დახრილობის კუთხე აბცისასთან ახლოს იყოს 45 გრადუსთან, ამ პირობების დაცვისას ცდომილება იქნება მინიმალური.

პრაქტიკული მაგალითი. თიოციანატ-იონით რკინის (III) ფოტომეტრული განსაზღვრისათვის საჭირო საკალიბრო გრაფიკის ასაგებად სტანდარტული ხსნარის მზარდ რაოდენობას უმატებენ სათანადო რეაგენტებს (ქვეთავი 10.8) და ზომავენ ფოტომეტრული ფორმის ოპტიკურ სიმკვრივეს. მიღებული შედეგებით აგებენ საკალიბრო გრაფიკს (ცხრილი 2, ნახ. 1).

ცხრილი 2. მონაცემები საკალიბრო გრაფიკის ასაგებად (სტანდარტი 10 მკგ/მლ Fe³⁺)

სტანდარტი, მლ	Fe ³⁺ , მკგ	A	სტანდარტი, მლ	Fe ³⁺ , მკგ	A
0,0	0,0	<0,01	3,0	30	0,43
0,5	5,0	0,08	4,0	40	0,61
1,0	10	0,15	5,0	50	0,76



ნახ. 1. საკალიბრო გრაფიკი Fe^{3+} -ის ფოტომეტრული განსაზღვრისათვის

დავუშვათ, საანალიზო სინჯის სათანადო დამუშავების შემდეგ მიღებული ხსნარის ოპტიკური სიმკვრივე აღმოჩნდა 0,31-ის ტოლი, გრაფიკზე მისი შესატყვისი Fe^{3+} რაოდენობა 20 მკგ ტოლი იქნება.

10.4. ამონიუმ-იონის ფოტომეტრული განსაზღვრა

ნესლერის რეაქტივი (K_2HgI_4 -ის ტუტე ხსნარი) ამონიუმ-იონთან წარმოქმნის ყვითლად შეფერილ მერკურამონიუმის იოდიდს (NH_2Hg_2IO). მეთოდი მგრძნობიარეა (განსასაზღვრავი მინიმუმი 1 მკგ), მაგრამ არ არის სპეციფიკური. განსაზღვრას ხელს უშლის ზოგიერთი ამინი, სულფიდ-იონი და კათიონები, რომლებიც ტუტე არეში ილექებიან ჰიდროქსიდების სახით. ნესლერის რეაქტივთან სულფიდ-იონის ურთიერთქმედების შედეგად ილექება ვერცხლის-წყლის სულფიდი. მის გავლენას იცილებენ საანალიზო ხსნარში თუთიის აცეტატის შეტანით, ჰიდროქსიდების გამოლექვის აცილება შესაძლებელია სეგნეტის მარილით. სხვა ხელისშემშლელი

ნივთიერებებისაგან ამონიუმ-იონი შეიძლება დავაცილოთ ამიაკის გადადენით ტუტე არედან.

ამონიუმის იონის განსაზღვრისას აუცილებელია ახლად გამოხდილი წყლის გამოყენება, რადგან ლაბორატორიაში დაყოვნებული წყალი, ჩვეულებრივ, დაბინძურებულია ამიაკით.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. ნესლერის რეაქტივი;
2. NH_4Cl -ის ძირითადი სტანდარტი (ტიტრი 0,100 მგ/მლ NH_4^+). 0.2965 გ ექსიკატორში გამომშრალ NH_4Cl -ს ხსნიან 50 – 100 მლ გამოხდილ წყალში და მიღებული ხსნარის მოცულობა საზომ კოლბაში მიჰყავთ ერთ ლიტრამდე. სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს (ტიტრი 10 მკგ/მლ NH_4^+) ამზადებენ ძირითადი სტანდარტული ხსნარის ათჯერადი განზავებით;
3. ნატრიუმკალიუმის ტარტრატის (სეგნეტის მარილის) 30 %-იანი ხსნარი.

ანალიზის მსვლელობა. 25,0 მლ საანალიზო სინჯს, რომელშიც ამონიუმ-იონის შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 20 მკგ, უმატებენ 1 მლ სეგნეტის მარილის ხსნარს, 0,5 მლ ნესლერის რეაქტივს და 5-10 წუთის შემდეგ ზომავენ ხსნარის ოპტიკურ სიმკვრივეს (ლურჯი შუქფილტრი, λ 400-430 ნმ, კიუვეტის $l = 20$ მმ). ანალიზის შედეგებს აითვლიან საკალიბრო გრაფიკზე.

ამონიუმის იონის განსაზღვრისათვის ანალიზური ქიმიის პრაქტიკაში ფოტომეტრულ მეთოდთან ერთად გამოყენებულია კოლორიმეტრული მეთოდიც. ვიზუალურ განსაზღვრებს ატარებენ ნესლერის ცილინდრების გამოყენებით.

საკალიბრო გრაფიკი. საკალიბრო გრაფიკის ასაგებად საჭირო მონაცემების მისაღებად 25,0 მლ საზომ კოლბებში შეაქვთ 0, 0,3, 0,5, 1,0 და 2,0 მლ ამონიუმის ქლორიდის სამუშაო სტანდარტული ხსნარი (0, 3, 5, 10 და 20 მკგ ამონიუმი) და გამოხდილი წყლით ავსებენ 25,0 მლ-მდე. შემდეგ სამუშაოს აგრძელებენ ზემოთ აღწერილი მეთოდიკის შესაბამისად.

10.5. ნიტრიტ-იონის ფოტომეტრული განსაზღვრა გრისის რეაქტივით

ნიტრიტ-იონის ფოტომეტრული განსაზღვრა გრისის რეაქტივით დაფუძნებულია მჟავა არეში სულფანილის მჟავას, ნიტრიტ-იონისა და ალფა-ნაფთილამინის ურთიერთქმედების შედეგად მონიტალ-იისფერი აზოსაღებავის წარმოქმნაზე. მეთოდი საშუალებას იძლევა კოლორიმეტრულად ან ფოტომეტრულად განისაზღვროს $> 0,05-0,1$ მკგ ნიტრიტ-იონი ($\Lambda_{\text{მაქს}} 520-530$ ნმ). მორეაგირე კომპონენტებს შორის რეაქცია ნელა მიმდინარეობს, ამიტომ რეაგენტის დამატების შემდეგ ხსნარს აყოვნებენ მცირე ხნით, ანდა ათავსებენ $70 - 80^{\circ}\text{C}$ მქონე წყლის აბაზანაში. აზონაერთის წარმოქმნისათვის ოპტიმალურია $2 - 2,5$ pH.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. გრისის რეაქტივის (მყარი ნარევი) 1 % წყალხსნარი;
2. NaNO_2 -ის ძირითადი სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 10 მკგ/მლ NO_2^-). 0,1497 გ თერმოსტატში $105-110^{\circ}\text{C}$ გამომშრალ NaNO_2 ხსნიან 100-150 მლ წყალში და საზომ კოლბაში ავსებენ 1,0 ლ-მდე. 5,0 მლ ძირითადი სტანდარტის განზავებით 50 მლ-მდე ამზადებენ სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს (ტიტრი 0,5 მკგ/მლ NO_2^-);
3. 1:1 HCl.

ანალიზის მსვლელობა. საანალიზო ხსნარს, რომელშიც NO_2^- შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს $1-1,5$ მკგ, ათავსებენ 25,0 მლ საზომ კოლბაში, გამობდილი წყლით ავსებენ დაახლოებით 20 მლ-მდე, ურევენ და რამდენიმე წვეთი განზავებული მარილმჟავით pH მიჰყავთ $2 - 2,5$ -მდე (სინჯი უნივერსალური ინდიკატორიანი ქალაღდით). 1,0 მლ რეაგენტის დამატების შემდეგ გამობდილი წყლით ხსნარის მოცულობა მიჰყავთ 25,0 მლ-მდე, ურევენ, აყოვნებენ $20 - 25$ წუთი, ანდა $5 - 10$ წუთით ათავსებენ $70 - 80^{\circ}\text{C}$ ტემპერატურის მქონე წყლის აბაზანაში. გაცივების შემდეგ ხსნარის ოპტიკურ სიმკვრივეს ზომავენ მწვანე შუქფილტრის გა-

მოყენებით, 20 მმ ფენის სისქის მქონე კიუვეტებში. ანალიზის შედეგს აითვლიან საკალიბრო გრაფიკზე.

საკალიბრო გრაფიკი. 25,0 მლ საზომ კოლბებში შეაქვთ 0; 0,1; 0,3; 0,5; 1,0 და 2,0 მლ სამუშაო სტანდარტული ხსნარი, უმატებენ 20 მლ-მდე გამოსხილ წყალს და სამუშაოს აგრძელებენ ზემოთ აღწერილი მეთოდის შესაბამისად.

ანალიზური ქიმიის პრაქტიკაში ფართოდაა გამოყენებული (განსაკუთრებით საველე პირობებში) გრისის რეაქტივით ნიტრიტების განსაზღვრის კოლორიმეტრული ვარიანტი იმიტირებული შკალით, ან სტანდარტული სერიების მეთოდით.

10.6. ნიტრატ-იონის ფოტომეტრული განსაზღვრა ნატრიუმის სალიცილატით

ნიტრატ-იონის ფოტომეტრული განსაზღვრისათვის გამოყენებულია ნატრიუმის სალიცილატი, რომელიც გოგირდმჟავა არეში ნიტრატებთან წარმოქმნის ყვითლად შეფერილ ნიტროსალიცილის მჟავების ნარევს. მეთოდი საშუალებას იძლევა 10 მლ სინჯში განისაზღვროს 1 – 20 მკგ NO_3^- . ნიტრატების განსაზღვრას ხელს უშლის დიდი რაოდენობა ქლორიდები და ნიტრიტები ($\text{Cl}^- > 200$ მგ/ლ, $\text{NO}_2^- > 2$ მგ/ლ). ქლორიდების გავლენის აცილება შესაძლებელია მათი წინასწარი გამოლექვით Ag_2SO_4 -ით. ნიტრიტების მოსაცილებლად საანალიზო სინჯს აშრობენ ამონიუმის სულფატის თანაობისას.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. ნატრიუმის სალიცილატის 0,5 %-იანი წყალხსნარი;
2. კონცენტრირებული გოგირდმჟავა;
3. ნატრიუმის ტუტის 40 % წყალხსნარი;
4. კალიუმის ნიტრატის სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 0,100 მგ/მლ NO_3^-). 0,1631 გ თერმოსტატში 105°C გამომშრალ KNO_3 -ს ხსნიან 100 – 150 მლ წყალში, ხსნარი გადააქვთ ერთ ლიტრიან საზომ კოლბაში, კონსერვირების მიზნით უმატებენ ერთ მლ

ქლოროფორმს და ჭიქის ნარეცხი წყლით ხსნარის მოცულობა მიჰყავთ ერთ ლიტრამდე. ძირითადი სტანდარტული ხსნარის ათჯერადი განზავებით ამზადებენ სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს (ტიტრი 10 მკგ/მლ NO_3^-).

ანალიზის მსვლელობა. 10,0 მლ საანალიზო სინჯს ათავსებენ ფაიფურის ჯამში, უმატებენ 1,0 მლ ნატრიუმის სალიცილატის ხსნარს და აშრობენ წყლის აბაზანაზე. მშრალ ნაშთს შეასველებენ ერთი მლ გოგირდმჟავით, 10 წუთის შემდეგ ფრთხილად უმატებენ 20 – 25 მლ გამობდილ წყალს და 7 მლ ნატრიუმის ტუტის ხსნარს. გაცივების შემდეგ ხსნარი გადააქვთ 50,0 მლ საზომ კოლბაში და ჯამის ნარეცხი წყლით შეავსებენ 50,0 მლ-მდე. ხსნარის ოპტიკურ სიმკვრივეს ზომავენ ლურჯი შუქფილტრის გამოყენებით (λ 400 - 410 ნმ) 20 მმ ფენის სისქის მქონე კიუვეტებში.

საკალიბრო გრაფიკი. ფაიფურის ჯამებში შეაქვთ 0, 0,3, 0,5, 1,0, 1,5 და 2,0 მლ სამუშაო ხსნარი, უმატებენ 10 – 10 მლ გამობდილ წყალს, 1,0 - 1,0 მლ ნატრიუმის სალიცილატის ხსნარს და სამუშაოს აგრძელებენ ანალიზის მსვლელობაში აღწერილი მეთოდის მიხედვით. სასურველია საკონტროლო განსაზღვრის ჩატარებაც. მიღებული მონაცემებით აგებენ საკალიბრო გრაფიკს.

10.7. ფოსფატ-იონის განსაზღვრა

ფოტომეტრული განსაზღვრისათვის ფოსფატ-იონი ამონიუმის მოლიბდატით მჟავა არეში გადაჰყავთ ყვითლად შეფერილ ფოსფორმოლიბდენმჟავაში ($\text{H}_7[\text{P}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6] \cdot 28\text{H}_2\text{O}$), რომლის აღდგენით მიიღება ლურჯი ფერის ჰეტეროპოლიკომპლექსი. ფოტომეტრული ფორმის შთანთქმის მოლური კოეფიციენტი $2,5 \cdot 10^4$ -ის ტოლია, ხოლო შუქშთანთქმის მაქსიმუმი მდებარეობს სპექტრის 620 – 720 ნმ ტალღის უბანში. განსაზღვრის ხელისშემშლელი სილიკატ- და არსენატ იონების გავლენის აცილება შესაძლებელია ფოსფორმოლიბდენის მჟავას ექსტრაქციით.

ამავე მეთოდით შესაძლებელია ფოსფორის სხვა ფორმების (პოლიფოსფატები, ორგანული ფოსფორი) განსაზღვრა მათი წინა-სწარ ფოსფატებში გადაყვანის შემდეგ.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. ამონიუმის მოლიბდატის 10%-იანი ხსნარი. 10 გ $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ -ს ხსნიან 100 მლ გამობდილ წყალში, რომელსაც დამატებული აქვს 10 მლ კონცენტრირებული გოგირდის მჟავა;
2. ფოსფატ-იონის ძირითადი სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 0,1 მგ/მლ PO_4^{3-}). 0,1433 გ თერმოსტატში 105°C -ზე გამომშრალ KH_2PO_4 -ს ხსნიან 100 – 150 მლ გამობდილ წყალში და ავსებენ 1,0 ლ-მდე. ძირითადი სტანდარტის 10-ჯერადი განზავებით ამზადებენ სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს;
3. ასკორბინის მჟავას 5%-იანი წყალხსნარი.

ანალიზის მსვლელობა. 25,0 მლ საკვლევ სინჯს უმატებენ 1,0 მლ ამონიუმის მოლიბდატის და 0,5 მლ ასკორბინის მჟავას ხსნარებს. 15 წუთის შემდეგ 630 ნმ სიგრძის მქონე ტალღაზე, 20 მმ ფენის სისქის მქონე კიუვეტაში ზომავენ ხსნარის ოპტიკურ სიმკვრივეს.

საკალიბრო გრაფიკი. 25 მლ საზომ კოლბებში შეაქვთ მზარდი რაოდენობა ფოსფატ-იონის სამუშაო სტანდარტი (0, 10, 20, 30 და 50 მკგ PO_4^{3-}), გამობდილი წყლით ავსებენ 25,0 მლ-მდე, ურევენ და განსაზღვრას აგრძელებენ ანალიზის მსვლელობაში აღწერილი მეთოდით. მიღებული შედეგების საფუძველზე აგებენ საკალიბრო გრაფიკს.

10.8. რკინის (III) ფოტომეტრული განსაზღვრა თიოციანატ (როდანიდ) იონით

რკინა (III) თიოციანატ-იონთან წარმოქმნის წითლად შეფერილ ნაერთებს (შუქშთანთქმის მოლური კოეფიციენტი $1,4 \cdot 10^3$, $\lambda_{\text{მაქს}}$ 450-530 ნმ). პირობების მიხედვით (pH, რეაგენტის კონცენტრაცია, ტემპერატურა) წარმოქმნილი კომპლექსები ცვლადი შედგენილობისაა ($\text{Fe}(\text{SCN})_n^{3-n}$) და რამდენადმე განსხვავებული ელფერი

აქვთ. ამიტომ სტაბილური შედგენილობის ფოტომეტრული ფორმის მისაღებად აუცილებელია მეთოდით რეკომენდებული პირობების ზუსტი დაცვა.

გამოყენებული რეაგენტები :

1. KSCN, ან NH₄SCN-ის 10 % ხსნარი;
2. 1:1 განზავებული HNO₃-ის ხსნარი;
3. რკინის (III) სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 100 მკგ/მლ). 0,4317 გ ექსიკატორში გამომშრალ რკინა-ამონიუმის შაბს NH₄Fe(SO₄)₂ ქიმიურ ჭიქაში ხსნიან 2 მლ კონც. H₂SO₄-ით შემჟავებულ 200-300 მლ გამობდილ წყალში და ჭიქის ნარეცხი წყლით საზომ კოლბაში ავსებენ 0,5 ლიტრამდე. მიღებული ხსნარის ათჯერადი განზავებით ლეზულობენ სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს (ტიტრი 10 მკგ/მლ).

ანალიზის მსვლელობა. 25,0 მლ საანალიზო ხსნარს, რომელშიც რკინის შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 50 მკგ, უმატებენ 2 წვეთ HNO₃, 1,0 მლ KSCN-ის ხსნარს და 2-3 წუთის შემდეგ ზომავენ ოპტიკურ სიმკვრივეს (მწვანე შუქფილტრი, λ 490 – 500 ნმ, კიუვეტის l = 20 მმ). თუ საანალიზო მოცულობაში რკინის შემცველობა აღემატება 50 მკგ, საანალიზო ხსნარს წინასწარ აზავებენ გამობდილი წყლით ან რკინის თიოციანატის ხსნარის ოპტიკურ სიმკვრივეს ზომავენ ნაკლები ფენის სისქის მქონე კიუვეტში. საანალიზო ხსნარში რკინის რაოდენობას აითვლიან საკალიბრო გრაფიკზე.

საკალიბრო გრაფიკი. 25,0 მლ მოცულობის საზომ კოლბებში შეაქვთ მზარდი რაოდენობა რკინის (III) სტანდარტული ხსნარი (0, 0,5, 1,0 3,0 და 5,0 მლ) და გამობდილი წყალი იმ ვარაუდით, რომ მათი საერთო მოცულობა გახდეს 25,0 მლ. მორევის შემდეგ განსაზღვრას აგრძელებენ ანალიზის მსვლელობაში აღწერილი მეთოდის მიხედვით.

საანალიზო ხსნარში Fe²⁺-ის, ან Fe²⁺ და Fe³⁺-ის ჯამური შემცველობის განსაზღვრისთვის რკინა (II)-ს წინასწარ ჟანგავენ HNO₃ ან KMnO₄-ით.

10.9. სპილენძის (II) ექსტრაქციულ-ფოტომეტრული განსაზღვრა ტყვიის დიეთილდითიოკარბამატის გამოყენებით

სპილენძის ექსტრაქციულ-ფოტომეტრული მეთოდით განსაზღვრისათვის მონოდებულ რეაგენტებს შორის სპეციფიკურობით და მგრძობიარობით გამორჩეულია ტყვიის დიეთილდითიოკარბამატი (შთანთქმის მოლური კოეფიციენტი $1,4 \cdot 10^4$, $\lambda_{\text{მაქს}} 430$ ნმ).

სპილენძის ფოტომეტრული განსაზღვრისას უნდა გამოვიყენოთ ორჯერ გამოხდილი ან დეიონიზირებული წყალი, რადგან ლაბორატორიული წყლის სახდელი აპარატით მიღებული დისტილატი დაბინძურებულია სპილენძით.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. ტყვიის დიეთილდითიოკარბამატი. ქიმიურ ჭიქებში 80-100 მლ გამოხდილ წყალში ხსნიან 0,1–0,1 გ ტყვიის აცეტატს და ნატრიუმის დიეთილდითიოკარბამატს. ხსნარების შერევის შედეგად მიღებული ხსნარ-ნალექი გადააქვთ 0,5 ლ მოცულობის გამყოფ დაბრში, უმატებენ 200-250 მლ ქლოროფორმს და ენერგიულად ანჯღრევენ. ორგანულ ფაზას ფილტრავენ ქალაღდის მშრალ ფილტრში და მისი მოცულობა ქლოროფორმით მიჰყავთ 500 მლ-მდე;
2. სპილენძის ძირითადი სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 1 მკ/მლ Cu^{2+}). ახლად გადაკრისტალეულ და ჰაერზე გამშრალ 3,9295 გ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -ს ხსნიან 200-300 მლ 10 მლ 1:1 H_2SO_4 -ით შემუავებულ გამოხდილ წყალში. მიღებული ხსნარის მოცულობა საზომ კოლბაში მიჰყავთ 1,0 ლიტრამდე. ძირითადი სტანდარტული ხსნარის განზავებით ამზადებენ 10 და 1 მკგ/მლ ტიტრის მქონე სამუშაო ხსნარებს.

სტანდარტული ხსნარის მომზადება შეიძლება სუფთა (ელექტროლიზური) სპილენძის ნონაკის გახსნით განზავებულ აზოტმჟავაში.

ანალიზის მსვლელობა. 200-250 მლ მოცულობის გამყოფ დაბრში ათავსებენ 100 მლ საანალიზო ხსნარს, რომელშიც სპილენძის

შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 10 მკგ. თუ სინჯში მოსალოდნელია სპილენძის მაღალი შემცველობა, სათანადო მოცულობის ალიკვოტს წინასწარ ანზავებენ გამოხდილი წყლით. სინჯს უმატებენ რამდენიმე წვეთ მარილმჟავას (pH 2-3, სინჯი გარე ინდიკატორით), 5,0 მლ ტყვიის დიეთილდითიოკარბამატის ხსნარს და 3 წუთი ენერგიულად ანჯღრევენ. რამდენიმე წუთით დაყოვნების შემდეგ, ორგანული ფაზა გადააქვთ 10 მმ ფენის სისქის მშრალ კიუვეტში და ლურჯი შუქფილტრის გამოყენებით (λ 400 - 430 ნმ) ზომავენ ექსტრაქტის ოპტიკურ სიმკვრივეს. სერიული განსაზღვრების შემთხვევაში ექსტრაქტებს ფოტომეტრირებამდე ინახავენ მშრალ, მიხეხილსაცობიან სინჯარებში. სინჯში სპილენძის შემცველობას აითვლიან საკალიბრო გრაფიკზე.

საანალიზო სინჯში კომპლექსწარმომქნელი ლიგანდების მოსალოდნელი არსებობის შემთხვევაში (ბუნებრივი და ჩამდინარე წყლები, ნიადაგის ხსნარები და სხვა) სპილენძის იონურ ფორმაში გადასაყვანად აუცილებელია ლიგანდების დაშლა თერმული დამუშავებით ამონიუმის პერსულფატის, ან სხვა ძლიერი მჟანგავის თანაობისას.

საკალიბრო გრაფიკი. 100 – 100 მლ გამოხდილ წყალში შეაქვთ 0, 1, 3, 5 და 10 მლ სპილენძის სამუშაო სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 1 მკგ/მლ). 1:1 განზავებული მარილმჟავით ხსნარის pH მიჰყავთ 2-3-მდე და ანალიზს აგრძელებენ ზემოთ აღწერილი მეთოდით.

XI. ანალიზის ტურბიდიმეტრული მეთოდი

11.1. მეთოდის პრინციპი

ტურბიდიმეტრია ფოტომეტრული ანალიზის ნაწილია, იმ განსხვავებით, რომ ფოტომეტრული ფორმა შეფერილი ნაერთის ნაცვლად სუსპენზიაა. გარკვეულ პირობებში სუსპენზიის მიერ გაფანტული სინათლე და მასზე დამოკიდებული ოპტიკური სიმკვრივე ნალექნარმომქნელი ნივთიერების კონცენტრაციის პროპორციულია. სუსპენზიის სიმკვრივე შეიძლება შევავასოთ ვიზუალურად, მაგრამ უმჯობესია მისი ფოტომეტრირება.

სუსპენზიის მიერ გაფანტული სინათლის ენერგია მრავალ ფაქტორზეა დამოკიდებული, მათ შორის სუსპენზიის დისპერსობის ხარისხზე. ამიტომ განმეორებადი, საიმედო შედეგების მისაღებად ტურბიდიმეტრულ ანალიზში საჭიროა ნალექის მარცვლის ზომაზე მოქმედი ფაქტორების (pH, ტემპერატურა, რეაგენტების შერევის თანმიმდევრობა და სიჩქარე) მკაცრი კონტროლი. ტურბიდიმეტრიაში შეცდომის ერთ-ერთი წყარო ნალექის სედიმენტაციაა, რომელიც შეიძლება ავიცილოთ ხსნარში ბლანტი გამხსნელის (ეთილენგლიკოლი, გლიცერინი) შეტანით. სარეაქციო არეში ზოგჯერ შეჰყავთ ეთანოლიც, რომელიც ხელს უწყობს მონოდისპერსული ნალექის წარმოქმნას.

რელეის კანონის მიხედვით სუსპენზიის მიერ გაფანტული სინათლის ენერგია ტალღის სიგრძის უკუპროპორციულია. ამიტომ ტურბიდიმეტრულ მეთოდში გამოყენებულია სპექტრის მოკლე-ტალღიანი უბანი (λ 400-410 ნმ).

ანალიზური ქიმიის პრაქტიკაში ტურბიდიმეტრული მეთოდით ისაზღვრება არაქრომოფორული იონები (Cl^- , SO_4^{2-}).

11.2. სულფატების ტურბიდიმეტრული განსაზღვრა

სულფატების განსაზღვრის ტურბიდიმეტრული მეთოდი დაფუძნებულია სუსტ მჟავა არეში ბარიუმის სულფატის სუსპენზიის

მიღებაზე. მეთოდი საკმაოდ მგრძობიარე (განსასაზღვრავი მინიმუმი < 10 მკგ SO_4^{2-}) და სპეციფიკურია. ამავე მეთოდით შესაძლებელია სულფიტების და გოგირდის სხვა ფორმების განსაზღვრაც მათი წინასწარი დაჟანგვის შემდეგ.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. დამლექავი რეაგენტი. ერთმანეთს ურევენ 5%-იანი BaCl_2 -ს, ეთანოლს და ეთილენგლიკოლს მოცულობითი თანაფარდობით 1:3:3. ნარევის pH განზავებული მარილმჟავით მიჰყავთ 2,5 – 3-მდე;
2. სულფატ იონის ძირითადი სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 1 მგ/მლ SO_4^{2-}). 1,8140 გ გადაკრისტალბულ და თერმოსტატში გამომშრალ K_2SO_4 ხსნიან 100 – 150 მლ გამოხდილ წყალში და ავსებენ 1,0 ლ-მდე. ძირითადი სტანდარტის ათჯერადი განზავებით ამზადებენ სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს (ტიტრი 0,1 მგ/მლ);
1 მგ/მლ SO_4^{2-} -ის ტიტრის მქონე სტანდარტული ხსნარის მომზადება შეიძლება 20,82 მლ 0,01 N H_2SO_4 -ის განზავებით ერთ ლიტრამდე .

ანალიზის მსვლელობა. 5,0 მლ საანალიზო ხსნარი, რომლის pH წინასწარ მიყვანილია 2,5 – 3-მდე, გადააქვთ 15 – 20 მლ მოცულობის სინჯარაში, უმატებენ 5,0 მლ დამლექავ რეაგენტს, ურევენ ბურთულიანი მინის წკირით და 5 – 10 წუთის შემდეგ ზომავენ სუსპენზიის ოპტიკურ სიმკვრივეს (ლურჯი შუქფილტრი, 20 მმ სისქის მქონე კიუვეტი).

თუ საანალიზო მოცულობაში სულფატ-იონის შემცველობა აღემატება 250-300 მკგ-ს (50-60 მგ/ლ), მაშინ სინჯს აზავებენ, ანდა საანალიზოდ იღებენ ნაკლებ მოცულობას და გამოხდილი წყლით ავსებენ 5,0 მლ-მდე.

საკალიბრო გრაფიკი. 15 – 20 მლ მოცულობის მქონე სინჯარებში შეაქვთ მზარდი რაოდენობა SO_4^{2-} -ის სამუშაო სტანდარტული ხსნარის 0, 0,3, 0,5, 1,0 და 2,0 მლ, გამოხდილი წყლით

ავსებენ 5,0 მლ-მდე, ურევენ მინის წკირით და სამუშაოს აგრძელებენ ანალიზის მსვლელობაში მოტანილი მეთოდით. მიღებული შედეგების გამოყენებით აგებენ საკალიბრო გრაფიკს.

11.3. ქლორიდების ტურბიდიმეტრული განსაზღვრა

მიკრო- და ულტრამიკრო რაოდენობა ქლორიდ-იონის ტურბიდიმეტრული განსაზღვრისათვის ფოტომეტრულ ფორმად გამოყენებულია ვერცხლის ქლორიდის სუსპენზია. მეთოდი მაღალმგრძობიარეა (განსასაზღვრავი მინიმუმი 3-5 მკგ Cl⁻), მაგრამ არ არის სპეციფიკური. განსაზღვრას ხელს უშლის Br⁻, I⁻, CN⁻ და SCN⁻ იონები, რომლებიც Ag⁺ - იონთან ასევე იძლევიან ნალექს. ბუნებრივ ობიექტებში Br⁻ და I⁻ კონცენტრაცია 2 – 3 რიგით ნაკლებია Cl⁻ -ის შემცველობაზე, CN⁻ და SCN⁻ თანაობა კი გამორიცხულია.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. დამლექავი რეაგენტი (1 N AgNO₃). 17 გ ვერცხლის ნიტრატს ხსნიან მცირე მოცულობა გამოხდილ წყალში და ავსებენ 100 მლ-მდე;
2. ქლორიდ-იონის ძირითადი სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 1 მგ/მლ Cl⁻). 1,6484 გ 500^oC მუდმივ წონამდე მიყვანილ NaCl ხსნიან 100 – 150 მლ გამოხდილ წყალში და ავსებენ ერთ ლიტრამდე. ძირითადი ხსნარის ათჯერადი განზავებით ამზადებენ სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს (ტიტრი 0,1 მგ/მლ Cl⁻). სამუშაო სტანდარტული ხსნარის (ტიტრი 1 მგ/მლ) მომზადება შეიძლება 2,83 მლ 0,001 N HCl- ის განზავებით ერთ ლიტრამდე;
3. 1:3 განზავებული აზოტმჟავა.

ანალიზის მსვლელობა. 25,0 მლ მოცულობის მქონე საზომ კოლბაში შეაქვთ საანალიზო სინჯი, რომელშიც Cl⁻-ის შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 100 მკგ-ს, უმატებენ ერთ მლ აზოტმჟავას, გამოხდილი წყლით ავსებენ დაახლოებით 20 მლ-მდე, უმატებენ 1,0 მლ დამლექავ რეაგენტს, ურევენ ბურთულიანი მინის წკირით და ავსებენ 25,0 მლ-მდე. 20 წუთის შემდეგ სუსპენზიის

ოპტიკურ სიმკვრივეს ზომავენ 50 მმ ფენის სისქის კიუვეტში ლურჯი შუქფილტრის გამოყენებით.

საკალიბრო გრაფიკი. 25,0 მლ მოცულობის მქონე საზომ კოლბებში შეაქვთ მზარდი რაოდენობა სამუშაო სტანდარტული ხსნარი (0, 0,1, 0,3, 0,5 და 1,0 მლ), უმატებენ 1,0 მლ აზოტმჟავას და სამუშაოს აგრძელებენ ანალიზის მსვლელობაში მოტანილი მეთოდიკით. მიღებული მონაცემებით აგებენ საკალიბრო გრაფიკს.

XII. ანალიზის კინეტიკური მეთოდი

12.1. მეთოდის პრინციპი. რეაქციის სიჩქარის შეფასების ვარიანტები

ქიმიური რეაქციის სიჩქარის მიხედვით მორეაგირე ნივთიერების, მათ შორის კატალიზატორის, კონცენტრაციის განსაზღვრა უდევს საფუძვლად ანალიზის კინეტიკურ მეთოდს. ანალიზის კინეტიკურ მეთოდში, ძირითადად, გამოყენებულია კატალიზური რეაქციები. ინდიკატორული რეაქცია უნდა მიმდინარეობდეს ზომიერი სიჩქარით და ადვილი უნდა იყოს ერთ-ერთი კომპონენტის (ინდიკატორული ნივთიერება) კონცენტრაციის დროში ცვალებადობის კონტროლი.

ანალიზის კინეტიკური მეთოდი გამორჩეულია მაღალი მგრძობიარობით, მაგრამ ნაკლებად სპეციფიკურია. საიმედო შედეგების მისაღებად აუცილებელია ყველა იმ ფაქტორის გათვალისწინება და კონტროლი, რომლებიც ინდიკატორული რეაქციის სიჩქარეზე ახდენენ გავლენას.

ანალიზის კინეტიკურ მეთოდში რეაქციის სიჩქარის შეფასების რამდენიმე ვარიანტია გამოყენებული:

- ა. **ფიქსირებული დროის მეთოდი.** წინასწარ ადგენენ ინდიკატორული ნივთიერების კონცენტრაციის მახასიათებელი პარამეტრის (P) მაქსიმალური და სტაბილური სიდიდის მისაღწევად საჭირო დროს ($t_{0.95}$). სტანდარტული და საანალიზო ხსნარების დამუშავებით $t_{0.95}$ დროში იზომება საკონტროლო პარამეტრი (ოპტიკური სიმკვრივე, გატიტვრაზე დახარჯული ხსნარის მოცულობა და სხვა). მიღებული მონაცემების საფუძველზე აგებენ საკალიბრო გრაფიკს $C-P$ კოორდინატებში;
- ბ. **ფიქსირებული კონცენტრაციის მეთოდი.** წამმზომით ზომავენ ინდიკატორული ნივთიერების გარკვეულ კონცენტრაციამდე (ჩვეულებრივ $C = 0$) მისაღწევად საჭირო დროს. მიღებული მონაცემების საფუძველზე აგებენ საკალიბრო გრაფიკს C

– t , ან უმჯობესია $C - 1/t$, კოორდინატებში და ითვლიან განსასაზღვრავი ნივთიერების რაოდენობას;

- გ. **ტანგენსების მეთოდი.** ინდიკატორული რეაქციის მიმდინარეობის პერიოდში რამდენჯერმე ზომავენ ინდიკატორული ნივთიერების კონცენტრაციის მახასიათებელ პარამეტრს, აგებენ სათანადო გრაფიკს ($t - C_x$) კოორდინატებში და აითვლიან შესაბამისი კუთხის ტანგენსს, რომელიც რეაქციის სიჩქარის პროპორციულია. საკალიბრო გრაფიკს აგებენ კოორდინატებში $C_x - t g \alpha$.

12.2. სპილენძის (II) განსაზღვრა კინეტიკური მეთოდით

კინეტიკური მეთოდით სპილენძის განსაზღვრისათვის ინდიკატორულ რეაქციად გამოყენებულია რკინის (III) აღდგენა თიოსულფატ-იონით, რომელსაც აკატალიზებს სპილენძი (II). მეთოდის განსასაზღვრი მინიმუმი შეადგენს 0,1 მკგ/მლ Cu^{2+} . რეაქციის სიჩქარის შესაფასებლად სარგებლობენ ფიქსირებული კონცენტრაციის მეთოდით (ინდიკატორული ნივთიერების- $Fe(SCN)_3$ გაუფერულება).

გამოყენებული რეაგენტები:

1. $Na_2S_2O_3$ -ის 0,068 მოლური ხსნარი. 17 გ $Na_2S_2O_3$ -ს ხსნიან 100 – 150 მლ წყალში და ავსებენ ერთ ლიტრამდე;
2. $Fe(SCN)_3$ -ის ხსნარი. 4,6 გ $NH_4Fe(SO_4)_2$ ხსნიან წყალში, რომელსაც დამატებული აქვს 25 მლ 2 N HCl და ავსებენ ერთ ლიტრამდე. მიღებულ ხსნარს უმატებენ 100 მლ 4 %-იან NH_4SCN -ის ხსნარს;
3. სპილენძის (II) ძირითადი სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 1 მგ/მლ Cu^{2+}). 3,9295 გ ახლადგადაკრისტალეზულ და ჰაერზე გამშრალ $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ხსნიან მცირე მოცულობა წყალში და ავსებენ 1,0 ლ-მდე. ძირითადი სტანდარტის განზავებით ამზადებენ სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს (ტიტრი 10 მკგ/მლ Cu^{2+});
4. ორჯერ გამოხდილი წყალი.

ანალიზის მსვლელობა. 200 მლ კონუსურ კოლბაში შეაქვთ 10,0 მლ, ან 10,0 მლ-მდე გამოხდილი წყლით შევსებული სინჯი ($\text{Cu}^{2+} < 10$ მკგ), უმატებენ 25,0 მლ $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ -ის ხსნარს, ურევენ და წამშობით ითვლიან ნარევის გაუფერულების დროს.

საკალიბრო გრაფიკი. ანალიზის მსვლელობაში მოცემული მეთოდით ამუშავებენ სამუშაო სტანდარტული ხსნარებიდან (ტიტრი 10 მკგ/მლ Cu^{2+}) მომზადებულ სერიასაც, რომლებშიც შეტანილია 0, 1, 3, 5 და 10 მკგ Cu^{2+} მიღებული შედეგებით აგებენ საკალიბრო გრაფიკს $C - t$ კოორდინატებში.

12.3. ულტრამიკრო რაოდენობა იოდიდ-იონის განსაზღვრა კინეტიკური მეთოდით

ულტრამიკრო რაოდენობა იოდიდ-იონის განსაზღვრის კინეტიკური მეთოდი დაფუძნებულია ჟანგვა-აღდგენის რეაქციაზე ნიტრიტ- და თიოციანატ იონებს შორის. ინდიკატორული ნივთიერების მისაღებად სისტემაში შეაქვთ რკინა (III) იონები. წარმოქმნილი რკინის თიოციანატის გაუფერულების სიჩქარე იოდიდ-იონის კონცენტრაციის პროპორციულია. მეთოდი მაღალმგრძობიარე და პრაქტიკულად სპეციფიკურია.

კინეტიკური მეთოდი გამოიყენება ბუნებრივ წყლებში და სხვა ობიექტებში იოდიდ-იონის განსაზღვრისათვის. ამავე მეთოდით შესაძლებელია იოდის სხვა ფორმების განსაზღვრაც სოდის თანაობისას სინჯის $450-500^\circ\text{C}$ -ზე მინერალიზების შემდეგ.

გამოყენებული რეაგენტები:

1. 0,3 M NaNO_2 . 2,1 გ NaNO_2 ხსნიან მცირე მოცულობა წყალში და ავსებენ 100 მლ-მდე;
2. 0,006 M NaSCN . 0,5 გ NaSCN -ს ხსნიან მცირე მოცულობა წყალში და ავსებენ 100 მლ-მდე;
3. 5%-იანი $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ -ის ხსნარი. 50გ $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ -ს ხსნიან ერთ ლიტრ 2 N HNO_3 -ში;
4. იოდიდ-იონის ძირითადი სტანდარტული ხსნარი (ტიტრი 1 მგ/მლ I⁻). 1,308 გ ეთანოლში გადაკრისტალბულ და $400 - 450^\circ\text{C}$ გამომ-

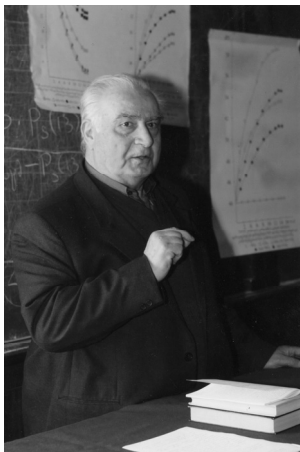
შრალ KI-ს ხსნიან მცირე მოცულობა წყალში და ავსებენ 1,0 ლ-მდე. ძირითადი სტანდარტის თანდათანობითი განზავევებით ამზადებენ სამუშაო სტანდარტულ ხსნარს (ტიტრი 0,2 მკგ/მლ I).

ანალიზის მსვლელობა. 10 – 15 მლ მიხეხილსაცობიან სინჯარაში შეაქვთ 5,0 მლ საანალიზო სინჯი, რომელშიც I შემცველობა არ უნდა აღემატებოდეს 0,2 მკგ, უმატებენ 0,5 მლ NaSCN, 1,0 მლ NaNO₂ და 1,0 მლ რკინაამონიუმის შაბს, ურევენ და 5 წუთის შემდეგ ზომავენ ხსნარის ოპტიკურ სიმკვრივეს 10 მმ ფენის სისქის კიუვეტში ლურჯი შუქფილტრის (λ 400-410 ნმ) გამოყენებით.

საკალიბრო გრაფიკი. სინჯარებში შეაქვთ მზარდი რაოდენობა (0, 0,1, 0,3, 0,5 და 1,0 მლ) იოდის სამუშაო ტიტრიანი ხსნარი (ტიტრი 0,2 მკგ/მლ I), ავსებენ 5,0 მლ-მდე და სამუშაოს აგრძელებენ ანალიზის მსვლელობაში მოცემული მეთოდით. მიღებული მონაცემების საფუძველზე აგებენ საკალიბრო გრაფიკს ფიქსირებული დროის მეთოდში მიღებული წესით.

გამოყენებული ლიტერატურა

1. სუპატაშვილი გ. რაოდენობითი ანალიზი. თსუ გამომცემლობა, 2011.
2. Основы аналитической химии. Практическое руководство под редакции Золотова Ю. А. М., изд. МГУ, 2001.
3. Пилипенко А. Т., Пятницкий И. В. Аналитическая химия, т. 1 и 2. М., изд. Химия, 1990.
4. Фомин Г. С. Вода. Контроль химической, бактериальной и радиационной безопасности по международным стандартам. М., 2000.
5. Дорохова Е. Н., Прохорова Г. В. Задачи и вопросы по аналитической химии. М., изд. Мир, 2001.
6. Харитонов Ю. Я. Количественный анализ. Изд. Высшая школа, М., 2010.
7. ГОСТ 26449.2-85. Методы химического анализа дистиллята.
8. ISO 3696 1987. Water for analytical laboratory use - Specification and test methods.



ავტორის შესახებ

სუბატაშვილი გურამ დავითის ძე, ქიმიის მეცნიერებათა დოქტორი.

ანალიზური ქიმიის, გარემოს ქიმიისა და კონტროლის სფეროში გამოქვეყნებული აქვს 250-მდე ნაშრომი, მათ შორის რამდენიმე მონოგრაფია და სახელმძღვანელო.

გამომცემლობის რედაქტორი
კომპ. უზრუნველყოფა
გარეკანის დიზაინერი
გამოცემის მენეჯერი

მაია ეჯიბია
ლალი კურდღელაშვილი
ნინო ებრალიძე
მარია ერქომაიშვილი

0179 თბილისი, ი. ჭავჭავაძის გამზირი 14
14, Ilia Tchantchavadze Ave., Tbilisi 0179
Tel: 995(32) 225 14 32
www.press.tsu.edu.ge

