

573387

Қурбонова Ф.Ш.

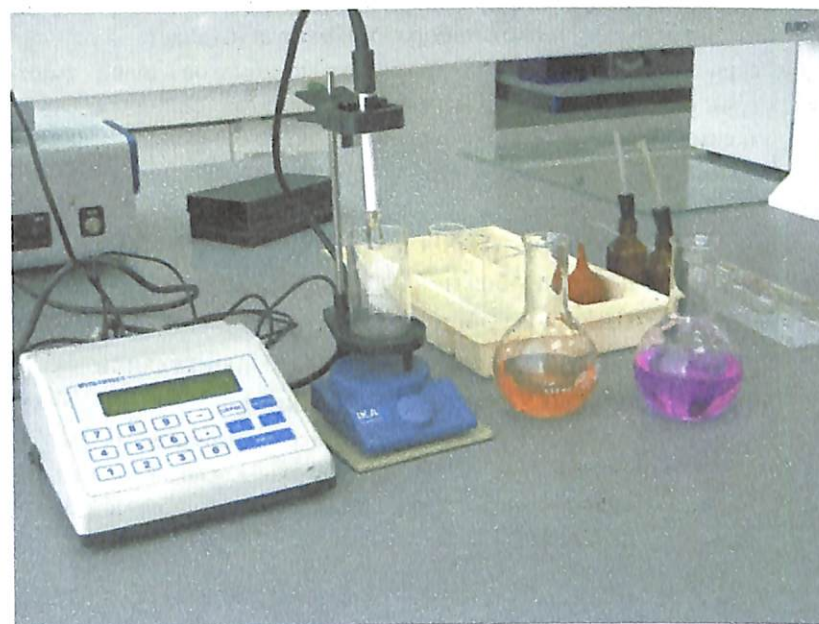
ДАСТУРИ МЕТОДӢ ДОИР БА УСУЛҲОИ ЭЛЕКТРОХИМИЯВИИ ТАҲЛИЛ



Душанбе - 2021

Қурбонова Ф.Ш.

*ДАСТУРИ МЕТОДӢ ДОИР БА
УСУЛҲОИ
ЭЛЕКТРОХИМИЯВИИ ТАҲЛИЛ*



773387

Душанбе - 2021

УДК: 541.13(076)

К-93

УДК: 541.13(072)

ББК: 24.57-01

К-93

Мураттиб: Курбонова Ф.Ш. номзади илмҳои химия, дотсенти кафедраи химияи таҳлили факултети химияи ДМТ

Курбонова Ф.Ш. Дастури методӣ доир ба усулҳои электрохимиявии таҳлил: дастури методӣ Душанбе, Нашриёти ДМТ, 2021- 106с.

Дар дастури методӣ – таълимӣ маълумотҳои назариявӣ доир ба усулҳои электрохимиявии таҳлил, таснифи усулҳои электрохимиявӣ: усулҳои потенсиометрӣ, кондуктометрӣ, волтамперометрӣ, амперометрӣ, кулонометрӣ ва электрогравиметрӣ оварда шудааст. Доир ба ҳар як усули таҳлил методикаи иҷрои корҳои лабораторӣ оварда шудааст.

Дастури методӣ – таълимӣ мувофиқи барномаҳои кори фанҳои химияи таҳлилӣ, усулҳои физикӣ-химиявии таҳлил ва фанҳои таҳассуси усулҳои электрохимиявии таҳлил навишта шуда, барои донишҷӯёни ихтисосҳои химия, дорусозӣ ва биология тавсия дода мешавад.

Муҳаррир:

Қодинов Мурод Зокирович

н.и.х., дотсенти кафедраи химияи органикӣ

Муқарризон:

Шеров Қурбон Мирзоалиевич

н.и.х., дотсенти кафедраи химияи таҳлилий

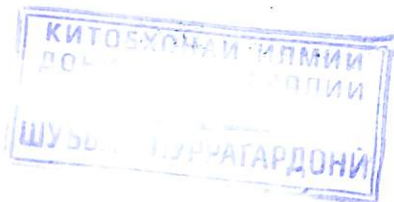
Раҷабов Умаралӣ Раҷабович

Мудири кафедраи кимиёи фармасевтӣ ва заҳриносии МДТ «Донишгоҳи давлатии тиббии Тоҷикистон ба номи Абуалӣ ибн Сино», д.и.к., профессор.

ISBN: 978-99985-58-18-2

773387

© Курбонова Ф.Ш.



Мундариҷа

Сарсухан

БОБИ I. ПРИНЦИПҲОИ УМУМИИ УСУЛҲОИ ЭЛЕКТРОХИМИЯВӢ

1.1. Маълумоти умумӣ.....7

1.2. Таснифоти усулҳои электрохимиявӣ.....8

БОБИ II. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ КОНДУКТОМЕТРӢ

2.1. Принципҳои асосии усулҳои кондуктометрӣ.....11

2.2. Таснифоти усулҳои кондуктометрӣ.....13

2.3. Усулҳои таҳлили кондуктометрӣ бо истифода аз қувваи қарағини баландбасомад18

Кори лаборатории № 1. Бо усули кондуктометрӣ муайян кардани ионҳои сулфат дар маҳлулҳо.....20

Кори лаборатории № 2. Бо усули кондуктометрӣ муайян кардани хокистарнокӣ дар шакар ва мелассаи (тилф) лаблабӯи канд.....23

Кори лаборатории №3. Муайян кардани кислотаи сулфат дар иштироки перманганати калий.....25

Кори лаборатории №4. Муайян кардани ионҳои оҳан (III) дар маҳлул.....26

БОБИ III. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ ПОТЕНСИОМЕТРӢ

3.1. Принципҳои асосии усули таҳлили потенсиометрӣ.....28

3.2. Усулҳои гузаронидани таҳлили потенсиометрӣ.....30

3.3. Таснифоти электродҳо дар усули потенсиометрӣ.....31

3.4. Принципи кори электродҳо дар усули потенсиометрӣ.....31

3.5. Электродҳои ион-селективӣ.....33

3.5.1. Навъҳои мембранаҳои электродҳои ион-селективӣ.....35

3.5.2. Характеристикаи электродҳои ион-селективӣ.....37

3.5.3. Интиҳоби электродҳо барои реаксияҳои химиявии навъҳои гуногун.....42

Кори лаборатории № 5. Муайян кардани HCl дар маҳлулҳои обӣ.....44

Кори лаборатории №6. Муайян кардани кислотанокҳои маҳсулоти ширӣ.....47

Кори лаборатории №7. Муайян кардани миқдори ионҳои кобальт (II) дар маҳлул.....	48
Кори лаборатории №8. Муайян кардани ионҳои оҳан дар иштироки ионҳои хром ва никел.....	50
Кори лаборатории №9. Муайян кардани коэффитсенти селективнокии электроди ион-селективӣ.....	52
Кори лаборатории №10. Муайян кардани ионҳои оҳан (III) бо усули титронидани комплексонометрӣ.....	54
БОБИ IV. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ ВОЛТАМПЕРОМЕТРӢ	
4.1. Асосҳои назариявии усули волтамперометрӣ.....	57
4.2. Поляризацияи электрод.....	59
4.2.1. Поляризацияи кинетикӣ (шиддати баланди қувваи ҷараёни активатсионӣ).....	60
4.2.2. Поляризацияи концентратсионӣ.....	61
4.3. Моҳият ва хусусияти усули волтамперометрӣ.....	62
4.4. Ячейкаҳои усули волтамперометрӣ.....	64
4.5. Таҳлилҳои сифатӣ бо усули волтамперометрӣ.....	66
4.6. Таҳлилҳои миқдорӣ бо усули волтамперометрӣ.....	67
4.7. Омилҳои, ки намуди полярограммаҳоро таъсир мекунад.....	68
4.8. Волтамперометрияи инверсионӣ.....	70
БОБИ V. ТИТРОНИДАНИ АМПЕРОМЕТРӢ	
5.1. Асосҳои назариявии усули титронидани амперометрӣ.....	72
Кори лаборатории № 11. Муайян кардани концентратсияи ионҳои мис, сурб, кадмий ва рӯҳ дар обҳои нӯшокӣ, табиӣ ва ҷоришаванда.....	74
Кори лаборатории №12. Муайян кардани кислотаи аскорбинат дар афшӯраҳо ва шарбатҳо.....	81
Кори лаборатории №13. Муайян кардани металлҳои вазнин дар консерваҳои ширӣ.....	84
БОБИ VI. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ КУЛОНОМЕТРӢ	
6.1. Асосҳои назариявии усули таҳлили кулонометрӣ.....	88
6.2. Кулонометрияи рост.....	89
6.3. Титркунии кулонометрӣ.....	93

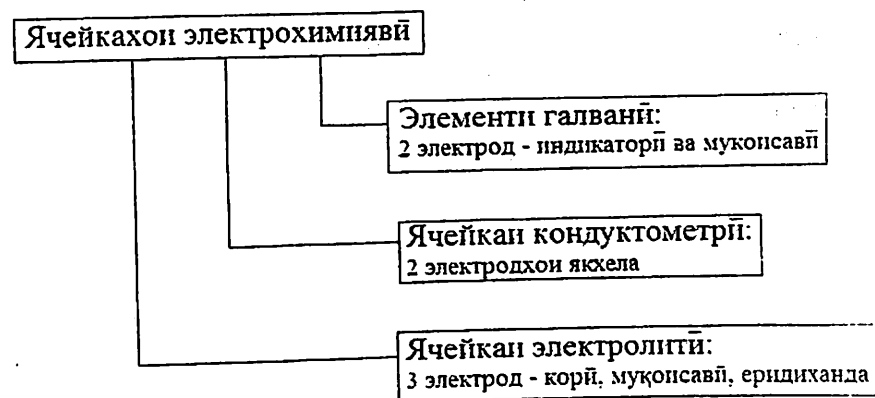
Кори лаборатории №14. Бо усули кулонометрӣ муайян кардани мис (II).....	96
БОБИ VII. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРӢ	
7.1. Характеристикаи умумии усул.....	99
7.2. Қонунҳои Фарадей.....	100
Кори лаборатории № 15. Муайян кардани ионҳои мис дар никел бо усули электрогравиметрӣ бо роҳи электролизи дохилӣ.....	101
РУЙҲАТИ АДАБИЁТ.....	104

6

Дар дастури методи мазкур асосҳои назариявӣ, имкониятҳои аналитикӣ ва соҳаҳои истифодабарии усулҳои электрохимиявӣ таҳлил оварда шудаанд. Инчунин истифодаи усулҳои электрохимиявӣ дар таҳлили фармасевтӣ, аз он ҷумла фармакопей оварда шудаанд. Аз ин лиҳоз, дастури методи мазкур дар омӯзиши на танҳо фанни химияи таҳлилӣ, балки дар мавриди омӯзиши фанни химияи фармасевтӣ низ тавсия карда мешавад.

1.1. Маълумоти умумӣ

Ячейкаи электрохимиявӣ – ин зарфи маҳлули электролитдошта мебошад, ки дар он 2 ё 3 электрод гузошта шудаанд. Се навъи ячейкаи электрохимиявӣ маълум аст:



Расми 1. Навъҳои ячейкаҳои электрохимиявӣ

Элементи галванӣ дар усули потенциометрӣ истифода карда мешавад. Ячейкаҳои кондуктометрӣ, ки дар онҳо ду электродҳои якхела дохил гардидаанд, функсияи якхеларо иҷро мекунаанд – дар усули кондуктометрӣ истифода карда мешаванд. Дар усулҳои

электрохимиявие, ки ба равандҳои электролиз асос карда шудаанд, ячейкаҳои электролитӣ истифода карда мешаванд.

Усулҳои электрохимиявии таҳлил (УЭХТ) дар ҳалли масъалаҳои гуногуни таҳлил истифода карда мешаванд. Усулҳои мазкур дар таҳқиқоти экологӣ-аналитикӣ, тиббӣ-биологӣ истифода карда шуда, дар сертификаткунонии мавод ва маҳсулотҳо, барои баҳодиҳии сифати маҳсулотҳои хӯрока ва маводҳои фармасевтӣ низ истифода карда мешаванд. Бартариҳои усулҳои мазкур ин оддӣ будани асбобҳои таҳлилкунанда ва наҷандон зиёд будани нархи таҳлил ба ҳисоб мераванд. Усулҳои электрохимиявии таҳлил (УЭХТ) дорои ҳассоснокӣ ва селективнокии баланд буда, зудичрошавандаанд. УЭХТ ба осонӣ автоматикунонида мешаванд, аз ин лиҳоз, онҳоро ба системаи назорати пайвастаи мониторинги объектҳои муҳити атроф насб намуда, истифода кардан мумкин аст. УЭХТ-ро барои муайянкунии миқдори металлҳои вазнин ва миқдорҳои хеле ками моддаҳои захровари органикӣ дар обҳои табиӣ ва обҳои партов, инчунин ташҳиси бемориҳои генетикӣ васеъ истифода мебаранд. Усулҳои электрохимиявии таҳлилро бевосита дар тайёркунии детекторҳо барои усули хроматографияи моеъгии баландтаъсир (ХБТ), электрофорези қатрагӣ (ЭФҚ), дар таҳлили инъекторӣ – равиш истифода мекунанд. Солҳои охир усулҳои электрохимиявии таҳлил ба муваффақиятҳои назаррас ноил гардидаанд. Яъне бо усулҳои электрохимиявии таҳлил на танҳо оиди миқдори моддаҳои таҳлилшаванда, балки оиди табиати химиявии он низ маълумот ба даст овардан мумкин аст.

1.2. Таснифи усулҳои электрохимиявӣ

Якҷанд тариқаҳои таснифи усулҳои электрохимиявӣ маълум аст. Мувофиқи IUPAC се гурӯҳи усулҳои таҳлили электрохимиявиро фарқ мекунанд:

- усулҳое, ки дар онҳо кабаҳои дучандаи электрикӣ ва ё реаксияҳои электродӣ ба назар гирифта намешаванд;

- усулҳои ба ҳодисаҳои кабаҳои дучандаи электрикӣ алоқаманд, ки дар онҳо реаксияҳои электродӣ ба назар гирифта намешаванд;

- усулҳое, ки бо реаксияҳои электродӣ алоқаманданд.

Вобаста ба мавҷуд будани қараёни электрикӣ дар занҷир усулҳои электрохимиявиро ба ду гурӯҳ ҷудо мекунанд:

1. *статикӣ*;

2. *динамикӣ*.

Дар усулҳои *статикӣ* қувваи қараён дар занҷир ба сифр баробар аст. Ба ин гурӯҳ усули потенциометрӣ дохил мешавад, ки дар он вобастагии потенциали электродӣ аз ғайбнокӣ (концентратсия)-и моддаҳои дар маҳлул ба қайд гирифта мешавад.

Дар усулҳои *динамикӣ* ба воситаи занҷир қараёни электрикӣ мегузарад. Ба ин гурӯҳ усулҳои кондуктометрӣ, кулонометрӣ, электрогравиметрӣ ва вольтамперометрӣ дохил мешаванд.

Сигнали аналитикӣ дар усулҳои электрохимиявӣ аз параметрҳои гуногуни физикӣ вобаста аст: қараёнгузаронии маҳлул, КЭХ – и элементҳои гальванӣ, қувваи қараёни электролиз ва ё миқдори қараён ва дигар омилҳо. Дар ҷадвали 1 таснифоти усулҳои асосии электрохимиявӣ вобаста ба параметри ҷенкунанда оварда шудааст.

Ҷадвали 1

Усули электрохимиявӣ	Параметри ҷенкунанда	Шароитҳои ҷенкунӣ
Кондуктометрӣ	Қараёнгузаронии ҳаддӣ – χ , См·см ⁻¹	Қувваи қараёни тағирёбанда (~1000 Гц)
Потенциометрӣ	Потенсиали электродӣ, E, В	I=0
Кулонометрӣ	Миқдори қараён – Q, Кл	I=const ё E=const
Электрогравиметрӣ	Ҷенкунии массаи электрод – m, г	I=const ё E=const
Вольтамперометрӣ	Қувваи қараён – I, мкА	I=f(E _{гузашта})

Вобаста ба мақсади истифода усулҳои электрохимиявӣ ба усулҳои *бевосита* ченкунӣ ва *бавосита* ченкунии хосияти электрикӣ чӯдо мешаванд. Дар усулҳои *бевосита* вобастагии параметри физикӣ аз концентратсияи (фаъолноқӣ) модда истифода карда мешавад. Мисол, бо усули потенциометрияи рост аз рӯи қимати чараёнгузаронӣ концентратсияи умумии ионҳои гуногун дар маҳлул муайян карда мешаванд. Дар усулҳои *бавосита* тағйирёбии бузургии физикӣ барои муайян кардани нуқтаи охири титронидан истифода карда мешавад. Мисол, дар усули титронидани кондуктометрӣ нуқтаи охири титронидан аз графикаи вобастагии чараёнгузаронӣ аз миқдори титранти иловакарда муайян карда мешавад.

Ақсар усулҳои электрохимиявӣ дар нимаи аввали асри XX пайдо гардидаанд. Саҳми назаррасро дар рушди усулҳои электрохимиявии таҳлил олим И.Н. Колтгоф гузоштааст.

Колтгоф — яке аз химик-аналитики барҷастаи асри XX ба шумор рафта дар шаҳри Алмело (Нидерланд) таваллуд шудааст. Баъд аз хатми мактаби миёна барои омӯзиши илмҳои «тоза» ба факултаи фармацияи Донишгоҳи Утрехт дохил шудааст. Соли 1915 дипломи «доруфурӯш» - ро ба даст овардааст. Соли 1918 рисолаашро барои дарёфти номзодии доктори фалсафа («Асосҳои йодометрия») ҷимоя намудааст. Баъд аз дифои рисола дар донишгоҳи Утрехт солҳои 1923-1927 кор ва фаъолият намудааст. Солҳои фаъолияти худ ӯ тақрибан 950 корҳои илмиро дар мавзӯи химияи аналитикӣ нашр кардааст, аз ҷумла, корҳо дар самти усулҳои электрохимиявии таҳлил, реаксияҳои протолиметрӣ ва оксиду-барқароршавӣ, асосҳои назариявии усулҳои титриметрӣ, ҳосилшавӣ ва хосиятҳои таҳшинҳо, химияи маҳлулҳои беоб, усулҳои кинетикии таҳлил ва ғ. Бо қалами ӯ як қатор китобҳо аз фанни химияи таҳлилий навишта шуда, ӯ роҳбари мактаби илмиро ба ӯҳда доштааст.

БОБИ II. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ КОНДУКТОМЕТРӢ

2.1. Принципҳои асосии усули кондуктометрӣ

Усули таҳлили кондуктометрӣ — ба ченкунии чараёнгузаронии хоси (ва ё муқовимат) маҳлулҳои электролитҳо асос карда шудааст.

Усули кондуктометрии таҳлил ҳамчун усули таҳлил соли 1903 аз ҷониби олимони олмонӣ Фридрих Кюстер (Kuster) ва М. Грютерсон (Gruters) пешниҳод карда шуд. Соли 1923 И.М. Колтгоф аввалин монографияи худро дар мавзӯи усули кондуктометрии таҳлил навиштааст. Соли 1946 Дж.Форман (Foreman) ва Д.Крисп (Krisp), инчунин Ф.Йенсен (Jensen) ва Паррак (Parrack) типикунии баландбасомадро пешниҳод намудаанд.

Чараёнгузаронии маҳлул (χ — «каппа») — ин қимати баръакси муқовимати маҳлул R мебошад.

Муқовимати маҳлул ва чараёнгузаронии маҳлули электролит W , ки миёни ду электрод мавҷуд аст, аз масоҳати сатҳи болоии электродҳо S ва масофаи байни онҳо l вобаста буда, бо формулаҳои зерин ҳисоб карда мешаванд:

$$R = \rho \frac{l}{S} \quad (1) \quad W = \frac{1}{\rho} \cdot \frac{S}{l} = \chi \frac{S}{l} \quad (2)$$

дар ин ҷо: χ — чараёнгузаронии хоси маҳлул.

Дар амалия чараёнгузаронии маҳлулҳо истифода карда намешавад, зеро ин бузургӣ аз андоза ва шакли нокилҳо вобастагӣ дорад. Чараёнгузаронии хос, ки танҳо муҳити чараёнгузарониро тавсиф мекунад, аз параметрҳои номбурда вобастагӣ надорад.

Воҳиди муқовимати маҳлул — Ом, чараёнгузаронӣ См (сименс) = Ом⁻¹; W — Ом·см (Ом·м); χ — См·см⁻¹ (См·м⁻¹), мебошад.

Чараёнгузаронии хос $\text{См}\cdot\text{см}^{-1}$ - чараёнгузаронии қабати маҳлули ғафсияш 1 см мебошад, ки дар байни ду электродҳои масоҳаташон 1см^2 ҷойгир мебошад.

Чараёнгузаронии хос бо концентратсияи молярӣ ва чараёнгузаронии эквивалентии модда (мол/л) бо формулаи зерин алоқаманд аст:

$$\chi = \lambda_{\text{экл}} \cdot C \cdot 10^{-3}$$

дар ин ҷо: λ – чараёнгузаронии эквивалентӣ ($\text{См}\cdot\text{см}^2\cdot\text{мол}^{-1}$);
C – концентратсияи молярӣ, мол/л

Чараёнгузаронии эквивалентӣ λ – ин чараёнгузаронии ҳаҷми маҳлули 1 мол-эквиваленти модда мебошад, ки дар байни ду электроди аз якдигар дар масофаи 1 см ҷойгиранд.

Чараёнгузаронии эквивалентӣ (мутаҳаррикӣ) бо зиёдшавии концентратсияи электролит паст мешавад. Дар мавриди серобкунии ҳадди маҳлул чараёнгузаронии молярӣ ба дараҷаи кимати ҳаддӣ мерасад ва он чараёнгузаронии молярии ҳаддӣ λ^0 ном дорад. Мувофиқи қонуни Колрауш чараёнгузаронии эквивалентии электролит ба суммаи чараёнгузаронии хоси ионҳо дар мавриди диссоциатсияи онҳо баробар аст:

$$\lambda^0 = \lambda^0_+ + \lambda^0_-$$

Кимати λ^0 барои аксар ионҳо дар ҷадвали 2 оварда шудааст.

Ҷадвали 2

Қиматҳои λ^0 барои аксар катионҳо ва анионҳо

Катион	λ^0 , $\text{См}\cdot\text{см}^2/\text{мол}$	Анион	λ^0 , $\text{См}\cdot\text{см}^2/\text{мол}$
H_3O^+	350,1	OH^-	197,6
$\frac{1}{2} \text{Pb}^{2+}$	71	$\frac{1}{4} [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$	110,4
$\frac{1}{2} \text{Fe}^{3+}$	69	$\frac{1}{3} [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$	100,9

$\frac{1}{2} \text{Cr}^{3+}$	67	$\frac{1}{2} \text{CrO}_4^{2-}$	85
$\frac{1}{2} \text{Fe}^{2+}$	53,5	$\frac{1}{2} \text{SO}_4^{2-}$	80,0
NH_4^+	73,7	Br^-	78,1
K^+	73,5	I^-	76,8
Ag^+	61,9	Cl^-	76,3
$\frac{1}{2} \text{Co}^{2+}$	53	$\frac{1}{2} \text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	74,1
$\frac{1}{2} \text{Ca}^{2+}$	59,5	NO_3^-	71,4
$\frac{1}{2} \text{Ba}^{2+}$	63,9	$\frac{1}{2} \text{CO}_3^{2-}$	69,3
$\frac{1}{3} \text{Al}^{3+}$	61	$\frac{1}{3} \text{PO}_4^{3-}$	69,0
$\frac{1}{2} \text{Mg}^{2+}$	53,1	ClO_4^-	67,3
$\frac{1}{2} \text{Cu}^{2+}$	56,6	SCN^-	66,5
$\frac{1}{2} \text{Mn}^{2+}$	53,5	ClO_3^-	64,6
Na^+	50,1	F^-	55,4
$\frac{1}{2} \text{Zn}^{2+}$	52,8	HCOO^-	54,6
$\frac{1}{2} \text{Ni}^{2+}$	50	CH_3COO^-	41
Li^+	38,7	$\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$	32,4

Ба чараёнгузаронии хос ва молярӣ табиати ҳалқунанда таъсир мерасонад. Ин омил ба ҳаспакии ҳалқунандаҳо ва нуфӯзпазирии диэлектрикии онҳо алоқаманд аст. Маълум карда шудааст, ки бо паст будани нуфӯзпазирии диэлектрикӣ чараёнгузаронии он низ паст мешавад. Дар ҳалқунандаҳои дорои нуфӯзпазирии паст собитаҳои диссоциатсияи электролитҳо паст мегарданд.

Чараёнгузаронии маҳлул аз ҳарорат вобастагӣ дорад. Бо зиёдшавии ҳарорат ба 1°C чараёнгузаронӣ 1,5-2,5% зиёд мешавад. Зимни баланд шудани ҳарорат ҳаспакии маҳлулҳо ва солвататсияи ионҳо паст гардида, он ба суръати ҳаракати ионҳо таъсир мекунад. Бо назардошти ин ҳарорати таҷриба бояд доимӣ нигоҳ дошта шавад.

2.2. Таснифоти усулҳои кондуктометрии

Вобаста ба расиши миёни электролит ва электрод усулҳои кондуктометриро ба усулҳои *васлӣ* ва *ғайриваслӣ* чудо мекунанд.

Вобаста ба қувваи чараёни истифодашуда усулҳои кондуктометриро ба усулҳои истифодаи қувваи чараёни тағйирёбанда ва доимӣ (нисбатан кам истифода карда мешавад) чудо мекунад. Вобаста ба истифодабарӣ усулҳои кондуктометриро ба усулҳои кондуктометрии рост ва бавосита (титронидани кондуктометрӣ) чудо мекунад.

Усули таҳлили кондуктометрии рост ба ченкунии бевоситаи чараёнгузаронии хос вобаста аз консентратсияи ионҳо дар маҳлул асос карда шудааст. Аз рӯи графики ченакдор консентратсияи моддаҳои таҳлилшаванда дар маҳлулҳои серобкарда муайян карда мешавад, ки дар онҳо вобастагии хаттии $\chi = f(C)$ нигоҳ дошта мешавад. Новобаста ба дақиқияти баланди усул он дар таҳлили объектҳои хӯрока ба таври васеъ истифода карда намешавад. Усули мазкур селективнок нест, зеро чараёнгузаронӣ – ин худ бузургии аддитивӣ (суммаи чараёнгузаронии ҳамаи ионҳо дар маҳлул) мебошад. Аз ин лиҳоз, ғашҳои начандон зиёд натиҷаҳои таҳлилро хато мекунад. Усули кондуктометрии рост барои таҳлили электролитҳои алоҳида истифода карда мешавад, мисол барои назорати сифати об, муайян кардани миқдори суммавии намакҳо дар обҳои табиӣ.

Дар аксар доруномаҳо (фармакопёя) усули кондуктометрии рост барои назорати миқдори намакҳо дар намунаҳои об, ки барои тайёр кардани маводҳои доруворӣ истифода карда мешаванд, ба роҳ монда мешавад. Дар ҷадвали 3 қиматҳои максималии чараёнгузаронии хос барои оби тоза ва обҳо дар тайёркунии инъексияҳо дар ҳароратҳои гуногун оварда шудаанд. Барои муқоиса намудан дар ҷадвали мазкур қиматҳои чараёнгузаронии хоси оби тозаи мутлақ оварда шудаанд.

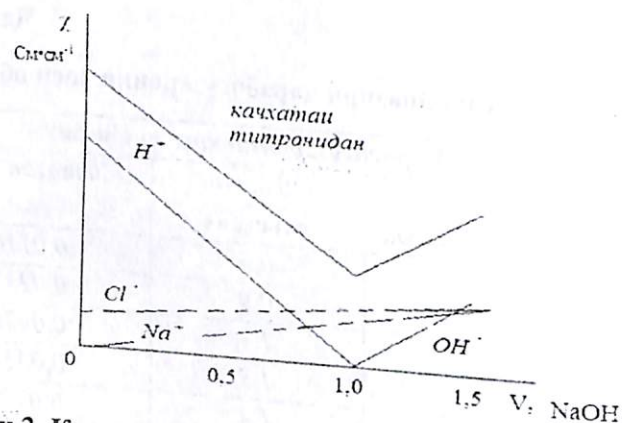
Ҷадвали 3

Қиматҳои имконпазири чараёнгузаронии хоси об

Ҳарорат, °C	Чараёнгузаронии хос, мкСм·см ⁻¹		
	Оби тозакардашуда	Об барои инъексия	Оби тозаи мутлақ
0	2,4	0,6	0,01161
10	3,6	0,9	0,02315
20	4,3	1,1	0,04205
25	5,1	1,3	0,05508
30	5,4	1,4	0,07096
40	6,5	1,7	0,1127
50	7,1	1,9	0,1702
60	8,1	2,2	0,2457
70	9,1	2,5	0,3416
80	9,7	2,7	0,4593
90	9,7	2,7	0,5977
100	10,2	3,1	0,7569

Титркунии кондуктометрӣ – усули таҳлиле мебошад, ки дар он нуқтаи эквивалентӣ аз рӯи тағйирёбии чараёнгузаронии маҳлул дар мавриди титронидани муайян карда мешавад. Одатан дар усули титронидани кондуктометрӣ реаксияҳои протолиметрия ва баъзан реаксияҳои оксиду-барқароршавӣ истифода карда мешаванд. Қимати чараёнгузаронии маҳлули аввала бояд аз чараёнгузаронии реагент ва ё маҳсули реаксия куллан фарқ кунад.

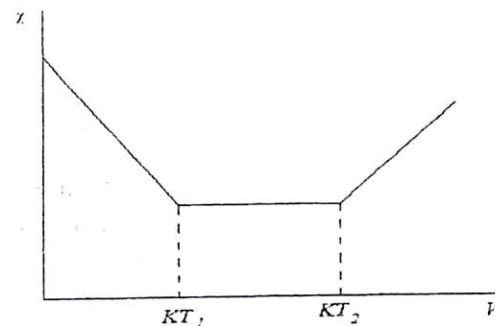
Дар расми 2 қачхатаи титронидани маҳлули HCl бо NaOH оварда шудааст.



Расми 2. Качхатаи титронидани HCl бо маҳлули NaOH бо назардошти ионҳои алоҳида (бе назардошти серобкунии маҳлул)

Тавре аз расми 2 бар меояд, қимати ҷараёнгузаронии ҳосил маҳлул аввалан паст мешавад, зеро ионҳои H_3O^+ бо ионҳои мутаҳарриқиашон пасти Na^+ иваз мегарданд. Баъд аз расидан ба нуқтаи эквивалентӣ дар маҳлул миқдори барзиёди ионҳои серҳаракати OH^- пайдо мегарданд, ки ин омил ба баландшавии қимати ҷараёнгузаронӣ меорад.

Дар усули титронидани кондуктометрӣ нуқтаи эквивалентӣ аз рӯи нуқтаи шикасти графики вобастагии χ аз ҳаҷми маҳлули титркунада муайян карда мешавад. Усули титронидани кондуктометрӣ дар мавриди таҳлил кардани маҳлулҳои тирашакл ва ранга истифода карда мешавад. Бахусус, истифодаи усули титронидани кондуктометрӣ барои таҳлили маҳлулҳои серобкардан кислотаҳо ва асосҳо, омехтаи кислотаҳои заиф ва қавӣ, асосҳои заиф ва қавӣ аз манфиат дур нест. Дар расми 3 качхатаи титронидани омехтаи кислотаҳои қавӣ ва заиф оварда шудааст.



Расми 3. Качхатаи титронидани омехтаи кислотаҳо

Зимни титронидани омехтаи кислотаҳои қавӣ ва заиф дар качхатаи титронидан ду нуқтаи эквивалентӣ ба назар мерасад. Аввалан кислотаи қавӣ титр карда мешавад. Ҷараёнгузаронии маҳлул дар ин маврид паст мешавад. Маҳлули омехтаи кислотаи қавӣ ва заиф дорои қимати пасти ҷараёнгузаронӣ мебошад. Баъд аз нуқтаи эквивалентии дуум ҷараёнгузаронии маҳлул баланд мешавад.

Титркунии кондуктометрӣ барои таҳлили фенолҳо, кислотаҳои органикӣ (кислотаҳои салитсилат, шулха, шароб, бодом ва ғ.), алкалоидҳо истифода карда мешавад.

Титркунии кондуктометрӣ бо истифода аз реаксияҳои таҳшинҳосилшавӣ хеле кам истифода карда мешавад, зеро натиҷаҳои таҳлил аз ҳаракати ионҳои титрант ва ионҳои таҳшиншуда, ҳалшавандагӣ ва доимияти таркиби таҳшин вобастаанд. Дар муҳити ишқории заиф дар иштироки этанол таҳлили кондуктометрии омехтаҳои ионҳои фторид-, хлорид- ва йодид гузаронида мешавад. Титркунии ионҳои фторид бо атсетати калсий, ионҳои хлорид ва йодид бо роҳи дифференсиалӣ бо маҳлули нитрати симоб (II) гузаронида мешавад.

Дар усули титркунии кондуктометрӣ бо истифода аз реаксияи комплексонометрӣ дар аксар маврид кислотаи этилендиаминтетрасирко ЭДТС истифода карда мешавад. Дар рафти титронидан консентратсияи ионҳои гидроген зиёд шуда,

қимати чараёнгузаронии маҳлул то расидан ба нуқтаи эквивалентӣ зиёд мешавад. Баъдан чараёнгузаронии маҳлул аз ҳисоби ионҳои чудошудаи гидроген бо анионҳои ЭДТС паст мешавад.

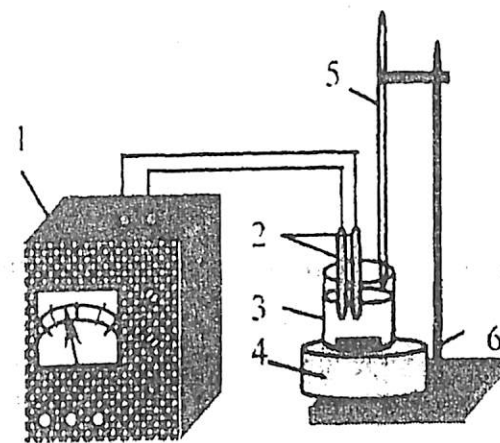
Зимни ҳисоббарориҳои титркунии кондуктометрӣ бояд серобкунии маҳлул ба назар гирифта шавад, зеро чараёнгузаронии маҳлул аз дараҷаи серобшавӣ вобаста аст. Дар мавриди концентратсияи титрант нисбат ба моддаи таҳлилшаванда зиёда аз даҳ маротиба будан ҳатогии усули титронидани кондуктометрӣ паст мешавад.

2.3. Усули таҳлили кондуктометрӣ бо истифода аз қувваи чараёни баландбасомад

Дар усули кондуктометрияи баландбасомад (осиллометрия) одатан намуди титркунии баландбасомад истифода карда мешавад, ки дар он қувваи чараёни басомадаш баланд (мегагерц) аст. Электродҳо дар ячейкаҳо барои титркунии баландбасомад бо маҳлули таҳлилшаванда таъсир намерасонанд. Ду навъи ячейкаҳо истифода карда мешаванд: *гунҷоиишӣ* (*c* – ячейка) ва *индуктивӣ* (*4* – ячейка). Зимни истифодаи *ячейкаҳои ҳаҷмӣ* ячейкаро бо маҳлули миёни ду рӯйкаи металли конденсатор мегузоранд. Тағйирёбии басомади генератор дар раванди титронидан чен карда мешавад. *Ячейкаи индуктивӣ* ба дохили ғалтаки электромагнитӣ гузошта мешавад. Зимни титронидан тағйирёбии бузургии индуктивият ба амал меояд. *Ячейкаҳои гунҷоииширо* зимни кор бо маҳлулҳои дорои чараёнгузаронии паст истифода мекунанд. *Ячейкаҳои индуктивӣ* бошанд – барои ченкунии маҳлулҳои дорои чараёнгузаронии баланд истифода бурда мешаванд.

Титркунии баландбасомадро дар маҳлулҳои обӣ ва ғайриобӣ (кислотаи сиркои яхин, диметилформамид, омехтаи атсетон-об, диоксан-об ва ғ.) мегузоронанд. Дар кислотаи сиркои яхин метавон кислотаи хлоратро дар иштироки кислотаи нитрат муайян кард. Инчунин алкалоидҳо, антибиотикҳо ва дигар маводҳои доруворӣ муайян карда мешаванд.

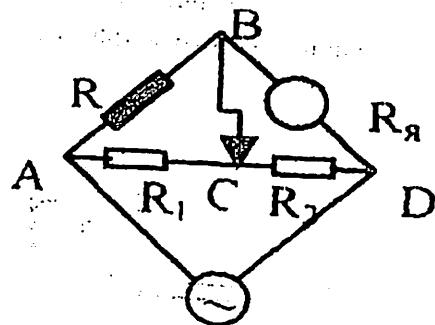
Дастгоҳ барои чен кардани чараёнгузаронӣ. Нақшаи таҷҳизот барои титркунии кондуктометрӣ дар расми 4 оварда шудааст.



Расми 4. Нақшаи таҷҳизот барои титркунии кондуктометрӣ

1 – асбоб барои чен кардани муқовимати маҳлул (купруки Уитстон); 2 – электродҳои платинагӣ; 3 – ячейка; 4 – омехтакунаки магнитӣ; 5 – бюретка бо маҳлули титрант; 6 – штатив

Ченкунии чараёнгузаронии маҳлулҳои электролитҳо бо ченкунии муқовимати маҳлул алоқаманд аст. Афзалияти бештарро усули кондуктометрӣ бо истифода аз қувваи чараёни тағйирёбанда доро мебошад. Ченкуниҳо мувофиқ ба нақшаи купруки Уитстон (расми 5) гузаронида мешаванд. Он аз чор муқовиматҳо иборат аст: муқовимати ченкунанда – R_x , бордони муқовиматҳо R ва ду муқовиматҳои реохорд R_1 ва R_2 .



Расми 5. Нақшаи Уитстон барои чен кардани муқовимат

Кувваи ҷараён ба нуқтаи А мегузарад ва ба нуқтаҳои В ва С тақсим шуда, тавассути нуқтаи D ба манбаъ бар мегардад. Галванометр кувваи ҷараёнро миёни нуқтаҳои В ва С нишон медиҳад. Бо ёрии қуруқи реохордӣ чунин таносубиятро миёни муқовиматҳои R_1 ва R_2 интихоб мекунанд, ки дар он маврид кувваи ҷараён миёни нуқтаҳои В ва С хузур нашошта бошад. Пас, муқовимати ячейка ба $R_x = R(R_1/R_2)$ баробар мешавад.

Электродҳо. Системаи ду электродҳои якхелаи платинагӣ истифода карда мешавад. Материали электродҳо ба муқовимати маҳлул ба таври назаррас таъсир мерасонад. Зимни ченкуниҳо ин таъсирот бояд минималӣ бошад. Платина худ дорои муқовимати пасти поляризатсионӣ мебошад, аз ин лиҳоз, поляризатсияи маҳлул ва электродҳоро паст мекунанд.

Кори лаборатории № 1

Бо усули кондуктометрӣ муайян кардани ионҳои сулфат дар маҳлулҳо

Муайянкунӣ ба вобастагии ҷараёнгузаронии маҳлул аз консентратсияи ионҳои сулфат асос карда шудааст. Микдори ионҳои сулфат бо усули титронидани кондуктометрӣ бо истифода аз электродҳои платинагӣ гузаронида мешавад.

Мақсади кор: аз худ кардани методикаи титркунии кондуктометрии кислотаҳои қавӣ ва муайян намудани микдори ионҳои сулфат дар маҳлул.

Асбоб, зарфҳо ва реактивҳо

Кондуктометр

Системаи электродҳои платинагӣ

Ячейкаи кондуктометрӣ ғунҷоишаш 50 мл

Омехтакунаки магнитӣ

Бюреткаи ғунҷоишаш 25 мл

Пипеткаи ғунҷоишаш 10 мл

Колба барои титронидан ҳаҷмаш 100мл

Силиндри ченакдори ҳаҷмаш 50мл

Маҳлули гидроксиди натрий консентратсияш 0,1 мол/л

Маҳлули хлориди калий консентратсияш 0,1 мол/л

Маҳлули кислотаи гидрогенхлориди консентратсияш 0,1 мол/л (фиксанал)

Маҳлули метили норинҷӣ консентратсияш 0,1%.

Муайян кардани собитай ячейкаи кондуктометрӣ. Бо ёрии кондуктометр муқовиматро чен мекунанд. Барои ҳисоб кардани ҷараёнгузаронии хос бояд собитай ячейка чен карда шавад (K, cm^{-1}).

$$\chi = K/R$$

Собитаи ячейка аз рӯи ҷараёнгузаронии маҳлули стандартӣ KCl консентратсияш 0,1 мол/л дар ҳарорати 20°C, ки барои он қимати χ бо дақиқияти баланд ҳисобида шудааст: $\chi(KCl) = 0,01167 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$, муайян карда мешавад. Барои ченкунии муқовимати маҳлули KCl ячейкаро 2-3 маротиба бо маҳлули KCl мешӯянд, баъдан бо ёрии силиндри ченакдор ба дохили он 20 мл маҳлули KCl пур мекунанд. Электродҳои платинагиро ба дохили ячейка гузошта, муқовимати маҳлулро R_1 чен мекунанд. Ченкуниро бо микдори дигари маҳлули KCl такрор намуда, қимати R_2 – ро чен

мекунад. Қимати миёнаи $R(KCl)$ ҳисобкарда собитан ячейкаро аз рӯи формулаҳои зерин муайян мекунад:

$$R(KCl) = \frac{(R_1 + R_2)}{2}$$

$$K = \chi(KCl) \cdot R(KCl)$$

Муайян кардани титри маҳлули кори $NaOH$. Бюреткаро бо маҳлули $NaOH$ пур мекунад. Ба колбаи конусшакл бо ёрии пипетка 10 мл маҳлули HCl (фиксанал) гирифта, ба болои он 2-3 қатра индикатори метили норинҷӣ илова намуда, то тағйирёбии ранги маҳлул титр мекунад. Титркуниро 2-3 маротиба такрор карда, ҳаҷми миёнаи титрантро, ки барои титркунӣ сарфа шудааст, ҳисоб мекунад. Концентратсияи нормалӣ ва титри маҳлули $NaOH$ аз рӯи формулаҳои зерин ҳисобида мешаванд:

$$N_{NaOH} = \frac{N_{HCl} \cdot V_{HCl}}{V_{NaOH}}$$

$$T_{NaOH} = \frac{N_{NaOH} \cdot M_{NaOH}}{1000}$$

Иҷрои кор. Маҳлули кислотаи сулфатро бо ёрии пипетка ба ячейкаи титронидан рехта, ба болои он бо ёрии цилиндр оби дистиллӣ илова карда, ҳаҷми маҳлулро то 20 мл мерасонанд. Бюреткаро бо маҳлули $NaOH$ пур мекунад. Омехтакунаки магнитиро васл намуда, суръати баробар омехташавиро таъмин мекунад. Маҳлули корино бо миқдори 0,5 мл илова карда, баъд аз ҳар як иловакунӣ муқовимати маҳлулро чен мекунад. Қимати чараёнгузаронино дар ҳар лаҳзаи титронидан ҳисоб карда, натиҷаҳои таҳлилро дар ҷадвал пур мекунад.

№ таҷриба	V (NaOH), мл	R, Ом	χ , Ом ⁻¹ ·см ⁻¹

Аз рӯи қиматҳои ба дастоварда қачхатаи титрониданро дар координатаҳои $\chi=f(V)$ месозанд. Массай ионҳои сулфатро (м, г) аз рӯи қонуни эквивалентҳо ҳисоб мекунад:

$$m = V(NaOH) \cdot C(1/1 NaOH) \cdot M(1/2 SO_4^{2-})$$

дар ин ҷо: $V(NaOH)$ – ҳаҷми титрант, ки барои титркунӣ сарф шудааст, мл;

$C(1/1 NaOH)$ – концентратсияи титрант, мол/л;

$M(1/2 SO_4^{2-})$ – массай эквиваленти ионҳои сулфат.



Баъд аз анҷоми кор ячейкаро бо электродҳо бояд бо оби дистиллӣ пур кард.

Кори лаборатории № 2

Муайян кардани ҳокистарнокӣ дар шакар ва меласса (тилфи лаблабӯи қанд)

Шакар ва меласса (тилфи лаблабӯи қанд) ҳамчун ашё дар саноати қаннодӣ, нонвойхонаҳо, машруботи спиртӣ ва дигар истеҳсолотҳо истифода карда мешаванд. Сифати шакари сафед бо миқдори сахароза ва моддаҳои ғашҳо дар он алоқаманд аст.

Сахароза чараёни электрикиро намегузаронад, зеро дар маҳлул ба диссоциатсияи электрикӣ дучор намегардад. Чараёнгузаронии маҳлулҳои шакарин аз миқдори намакҳои диссоциатсияшаванда вобастагӣ доранд. Аз ин лиҳоз, бо зиёд шудани моддаҳои ғашҳои таркиби шакар, ки дар об ҳалшавандаанд, чараёнгузаронии маҳлули шакар зиёд мешавад.

Ҳисоб кардани чараёнгузаронии маҳлул дар мавриди муайян кардани ғашҳои таркиби он душворихои зиёдеро ба миён меорад, зеро шакар часпакии маҳлулро зиёд намуда, чараёнгузаронӣ дар ин маврид паст мешавад. Аз ин лиҳоз, барои ҳар як маҳсулоти саноати шакарбарорӣ коэффитсиенти хоси ҳисоби ғашҳо маълум аст, ки он аз концентратсияи сахароза дар маҳлул вобастагӣ дорад.

Бо усули кондуктометрӣ имконият аст, то сифати шакари сафед, меласса (тилфи лаблабӯи қанд) ва дигар маҳсулотҳои саноати шакарбарорӣ зимни муайян кардани ғашҳои таркиби онҳо муайян карда шавад.

Мақсади кор: аз худ кардани усули таҳлили кондуктометрии муайянкунии ғашҳои таркиби шакар ва меласса (тилфи лаблабӯи қанд).

Асбоб, зарфҳо ва реактивҳо

Кондуктометр

Системаи электродҳои платинагӣ

Ячейкаи кондуктометрии ғунҷоишаш 50 мл

Тарозуи техникии дақиқиқаташ дараҷаи 3

Қолбаи ченақдори ғунҷоишаш 100мл

Пипеткаи Мор ғунҷоишаш 20 мл

Истакони химиявии ғунҷоишаш 50 мл

Силиндри ченақдори ғунҷоишаш 50 мл

Маҳлули стандартии хлориди калий консентратсияш 0,1 мол/л

Муайян кардани собитан ячeyкаи кондуктометрӣ. Собитан ячeyка аз рӯи маҳлули стандартии KCl муайян карда мешавад (мувофиқ ба қори лаборатории №1).

Муайян кардани ғашҳо дар таркиби шакари сафед. Массай баркаши шакарро ($25 \pm 0,01$ г) ба қолбаи ченақдор гирифта, дар як микдор оби дистиллӣ ҳал карда, то ченаки қолба бо оби дистиллӣ пур карда, омехта мекунанд.

Аз маҳлули тайёршуда бо ёрии пипетка 20 мл маҳлулро гирифта, ба ячeyкаи кондуктометрӣ мегузаронанд. Муқовимати маҳлулро чен карда, ҷараёнгузаронии ҳос ва микдори фоизии ғашҳоро дар шакар аз рӯи формулаҳои зерин ҳисоб мекунанд:

$$\chi = K / R;$$

$$\omega = 620 \cdot \chi;$$

дар ин ҷо: 620 – коэффитсиенти ҳисоби ғашҳо дар шакар.

Муайян кардани ғашҳои таркиби меласса (тилфи лаблабӯи қанд). Дар таркиби меласса (тилфи лаблабӯи қанд)

микдори зиёди моддаҳои бегона мавҷуд аст, ки барои паст кардани таъсири онҳо бояд намунаи таҳлилшаванда сероб карда шавад.

Массай баркаши меласса (тилфи лаблабӯи қанд) – ро ($1,35 \pm 0,01$ г) ба қолбаи ченақдори ҳаҷмаш 100мл ғузошта, дар як микдор об ҳал карда, то ченаки қолба бо оби дистиллӣ пур мекунанд. Аз он бо ёрии пипетка 20 мл маҳлулро гирифта, ба ячeyкаи кондуктометрӣ мерезанд. Муқовимати маҳлулро бо ёрии электродҳои платинагӣ чен карда, ҷараёнгузаронии ҳоси маҳлулро ҳисоб мекунанд. Ҳиссай массай ғашҳоро дар таркиби меласса (тилфи лаблабӯи қанд) (ω , %) аз рӯи формулаи зерин ҳисоб мекунанд:

$$\omega = 6400 \cdot \chi;$$

дар ин ҷо: 6400 – коэффитсиенти ҳисоби ғашҳо дар меласса (тилфи лаблабӯи қанд).



Баъд аз анҷоми кор электродҳоро бо оби дистиллӣ шуста, яқчанд маротиба ба дохили стакони пур аз оби дистиллӣ меўғтонанд, то сахароза аз сатҳи электродҳо пурра шуста шавад. Ячeyкае, ки дар онҳо электродҳо мавҷуд аст, бо оби дистиллиат пур мекунанд.

Қори лаборатории № 3

Муайян кардани кислотаи сулфат дар иштироки перманганати калий

Микдори кислотаи сулфатро зимни титркунӣ бо маҳлули гидроксиди натрий муайян мекунанд. Қачхатаи титркунӣи баландшиддат шикасти тез дошта, он ба нуқтаи эквивалентӣ мувофиқ аст.

Асбобҳо ва реактивҳо

Титратори баландшиддат ТВ -6ЛІ

Маҳлули гидроксиди натрий консентратсияш 0,05 мол/л

Махлули кислотаи сулфат концентратсияш 0,05 мол/л
Махлули перманганати калий концентратсияш 0,02н

Иҷрои кор

1. Стандартизатсияи махлули гидроксидаи натрий

Ба ячейка (стакони химиявӣ) барои титркунӣ 5,00 мл махлули 0,05 мол/л кислотаи сулфат гирифта, ба болои он оби дистиллӣ он микдор илова мекунамд ки, сатҳи махлул аз нуғи электрод 3-5 мм боло бошад. Махлули дар ячейка бударо зимни беист омехтакунӣ бо воия 0,2 мл бо махлули гидроксидаи натрий титр мекунамд. Нишондодҳои асбобро дар рафти титркунӣ ба қайд мегиранд. Қачхатаи титронидан дар координатаҳои нишондоди асбоб, мА — ҳаҷми титрант, мл сохта мешавад. Аз рӯи шикасти қачхата нуктаи эквивалентиро муайян карда, бо истифода аз формулаҳои таҳлили титриметрӣ концентратсияи гидроксидаи натрий ҳисоб карда мешавад.

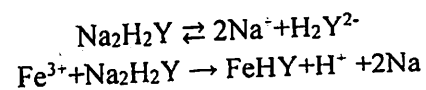
2. Муайян кардани миқдори кислотаи сулфат дар иштироки перманганати калий

Ба ячейкаи титронидан махлули таҳлилшаванда, 25 мл махлули 0,02н перманганати калий ва оби дистиллӣ илова карда мешавад. Баъдан зимни беист омехта кардан махлулро бо махлули гидроксидаи натрий титр карда, нишондоди асбобро зимни титронидан ба қайд мегиранд. Аз рӯи натиҷаҳои титронидан қачхатаро сохта, миқдори кислотаро муайян мекунамд.

Кори лаборатории № 4

Муайян кардани оҳан (III) дар махлул

Ионҳои оҳан (III) хангоми $pH=2-3$ пайваستҳои комплекси устуворро бо комплексон III ҳосил мекунамд ва онро метавон бо усули титронидани баландшиддат муайян кард. Дар ин ҳолат реаксияҳои зерин ба амал меоянд:



Дар қачхатаи титронидан ду шикаст ба назар мерасад: якумаш ба пайвастшавии ионҳои оҳан (III) бо комплексон III алоқаманд аст, дуюмаш — ба анҷом расидани реаксияи кислотагӣ асосӣ.

Асбобҳо ва реактивҳо

Титратори баландшиддат ТВ -6ЛІ

Махлули комплексон III концентратсияш 0,1 мол/л

Махлули кислотаи сулфат концентратсияш 1 мол/л

Махлули сульфати оҳан (III) концентратсияш 0,1 мол/л

Иҷрои кор

Махлули таҳлилшавандаро ба колбаи ченадори ҳаҷмаш 100 мл гирифта, ба болои он 20 мл махлули 1 мол/л кислотаи сулфат илова намуда, то ченакаш оби дистиллӣ илова мекунамд. Махлули дар колба бударо омехта карда, аз он 5,00 мл ба ячейка рехта, оби дистиллат то пурра ғутонидани электродҳо илова мекунамд. Махлулро зимни беист омехтакунӣ бо махлули комплексон III бо воия 0,2 мл титр мекунамд. Қачхатаи титрониданро сохта, аз рӯи шикасти якум ҳаҷми махлули титрант, ки барои титр кардани ионҳои оҳан (III) сарф шудааст, меёбанд. Аз рӯи формулаҳои титронидани титриметрӣ миқдори оҳанро ҳисоб мекунамд.

БОБИ III. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ ПОТЕНСИОМЕТРӢ

3.1: Принципиҳои асосии усули потенциометрии

Усули таҳлили потенциометрии ба ченкунии вобастагии потенциали мувозинатии электродӣ (E) аз фаъолнокии (a) ва ё концентратсияи (C) иони муайяншаванда асос карда шудааст. Барои ченкунии потенциометрии бояд элементи гальванӣ аз электроди индикатории мувофиқ ва электроди муқоисавӣ тартиб дода шавад, ки он барои чен кардани потенциали электроди индикаторӣ лозим аст. Ба сифати чунин асбобҳо одатан вольтметрҳои электронӣ, pH – метрҳо, иономерҳо – потенциометрҳои истифода бурда мешаванд, ки шкалаҳои онҳо чунин дараҷабандӣ шудаанд: мВ, воҳ. pH, воҳ. рХ.

Усулҳои потенциометрии таҳлил дар охири асри XIX ва аввали асри XX пайдо шудааст. Аввалин маротиба титркунии потенциометрии маҳлули нитрати симоб (II) бо KCl соли 1893 аз ҷониби химик олмонӣ Роберт Беренд (Behrend) (1856-1926) гузаронида шудааст. Соли 1920 И.М.Колтгоф истилоҳи «титркунии потенциометриро»-ро пешниҳод намуда, соли 1923 олим олмонӣ Эрнст Мюллер (1843-1928) монографияро дар мавзӯи таҳлили потенциометрии аз ҷоп баровард.

3.2. Усулҳои гузаронидани таҳлили потенциометрии

Аз рӯи тарзҳои гузаронидани таҳлил усули потенциометриро ба усулҳои потенциометрии рост ва титронидани потенциометрии ҷудо мекунанд.

1. Потенциометрии рост. КЭХ – и элементи гальваниро, ки маҳлули таҳлилшаванда дорад, чен карда, аз рӯи вобастагии $E=f(a)$ фаъолнокии ионро бо усули графикӣ ва ё таври ҳисобӣ муайян мекунанд. Дар ин маврид усулҳои зеринро истифода мекунанд:

- * усули графикӣ ченакдор
- * усули шлокаунӣ
- * усули элементи косентратсионӣ

Дақиқияти усул 2-10% - ро таъмин мекунад. Дар амалия усули потенциометрии ростро барои муайян кардани pH, миқдори катионҳо ва анионҳо бо ёрии электродҳои ион-селективӣ истифода мекунанд.

2. Титронидани потенциометрии. КЭХ – и элементи гальваниро дар мавриди титронидани чен карда, қатъатаи титрониданро месозанд. Аз рӯи қатъатаи титронидан ҳаҷми маҳлули титрантро дар нуқтаи эквивалентӣ муайян намуда, натиҷаҳои таҳлилро мувофиқи қонунҳои эквивалентҳо ҳисоб мекунанд. Дақиқияи усул 0,1-0,5% - ро таъмин мекунад. Дар усули титронидани потенциометрии реаксияҳои кислотагӣ-асосӣ, оксиду-барқароршавӣ, комплексҳосилшавӣ ва таҳшинҳосилшавӣ истифода карда мешаванд. Усули мазкур барои титркунии маҳлулҳои ранга ва сероб, инчунин омехтаҳо қўллаи аст. Дар ҷадвали 4 тариқаҳои титркунии потенциометрии оварда шудаанд.

Ҷадвали 4

Тариқаҳои титркунии потенциометрии

Навъҳои реаксия	Бузургии ченшаванда	Электродҳо		Моддаҳои таҳлилшаванда
		Индикаторӣ	Муқоисавӣ	
Протолиметрии	pH	pH – шишагин, хингидронӣ	Электродҳои сери ҷинси II (хлорнукрагин. каломелӣ)	Кислотаҳо, асосҳо, намакҳо
Редоксиметрии	E	Индиферентӣ ва ҷинси I (платинагӣ)		Оксидкунандаҳо, барқароркунандаҳо
Комплексометрии	pMe	Me – селективӣ		$Me^{n+} n > 1$
Таҳшинҳосилшавӣ	pAg, pCl, pI, pBr	Ионселективӣ; носери ҷинси II; нукрагин		Ионҳои таҳшинҳосилкунанда

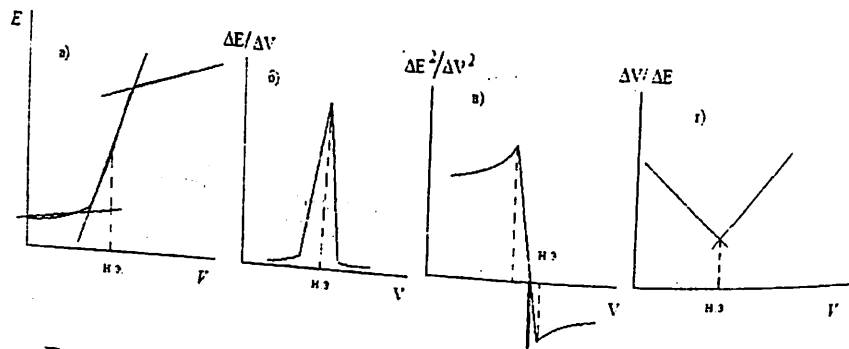
Барои муайян кардани нуқтаи эквивалентӣ 4 усули графикӣ истифода карда мешавад:

* *каҷхатаи интегралӣ титронидан дар расм (а)* – нисбатан усули оддӣ. Се расандаҳоро аз болои хатҳои рости каҷхата гузаронида, порчаи миёни буриши ду расандаҳоро ба ду қисми баробар тақсим карда, ба тири абсисса хати перпендикуляр мекашанд.

* *Аз рӯи каҷхатаи дифференциалӣ дараҷаи якуми титронидан дар расм (б)* – усули нисбатан дақиқ.

* *Аз рӯи ҳосилаи дуюма дар расм (в)* – барои бо саҳеҳияти баланд муайян кардани моддаҳо дар ҳолати ассиметрӣ будан ва ё ҷаҳиши паст истифода карда мешавад. Канораҳои ду шохаҳои графикро пайваст намуда, дар буриши ин хат нуқтаи эквивалентӣ муайян карда мешавад.

* *Аз рӯи каҷхатаҳои дар координатаҳои $\Delta V / \Delta E = V(R)$ усули Гран расми (г)* барои чен кардани маҳлулҳои сероб истифода карда мешавад.



Расми 6. Усулҳои графикӣ муайян кардани нуқтаи эквивалентӣ дар титронидани потенциометрӣ

3.3. Таснифоти электродҳо дар усули потенциометрӣ

Электродҳои усули потенциометрӣ аз рӯи таъинот ва принципи қор фарқ мекунанд. Вобаста ба таъинот электродҳои

усули потенциометрия ба электродҳои индикаторӣ ва муқоисавӣ ҷудо мешаванд.

Электроди индикаторӣ – ин электроде мебошад, ки потенциали он аз ғайриноқӣ ва ё концентратсияи ионҳои таҳлилшаванда дар маҳлул вобастагӣ дорад.

Талабот ба электродҳои индикаторӣ:

1. Электрод бояд ба тағйирёбии ғайриноқӣ ва ё концентратсияи ионҳои таҳлилшаванда баргарданда таъсир кунад.
2. Потенциали электрод бояд ба зудӣ барқарор шавад.
3. Электрод ба таркиби маҳлул бояд таъсир нарасонад. Мисол, электроди платинагӣ, ки дар аксар маврид истифода карда мешавад, гузариши бархе аз реаксияҳоро катализ мекунанд.
4. Электрод бояд ба моддаҳои дар маҳлул буда аз ҷиҳати химиявӣ устувор бошад. Мисол, электроди рӯҳ дар маҳлулҳои кислотаҳо ҳал мешавад.
5. Электрод бояд поляризациянашаванда бошад, яъне потенциали он зимни гузариши қувваи ҷараён бетағйир боқӣ монад.
6. Электрод бояд сохти оддӣ дошта бошад.

Электроди муқоисавӣ – электроде мебошад, ки нисбати он потенциали электроди индикаторӣ чен карда мешавад (яъне он барои чен кардани КЭХ – и элементи галванӣ лозим аст).

Талабот ба электродҳои муқоисавӣ:

1. Потенциали электроди муқоисавӣ бояд доимӣ бошад ва аз таркиби маҳлули таҳлилшаванда вобаста набошад.
2. Электрод бояд дорои қимати муқовимати паст бошад. Дигар талаботҳо ба электроди муқоисавӣ ба талаботҳои электроди индикаторӣ тахти бандҳои 3-6 шабоҳат доранд.

3.4. Принципи кори электродҳои усули потенциометрӣ

Вобаста ба принципи таъсир электродҳои усули потенциометриро ба электродҳои *электронмуовиза* (металлӣ) ва

мембранагӣ (ионселективӣ) фарқ мекунад. Характеристикаи муқоисавии электродҳо дар ҷадвали 5 оварда шудаанд.

Электродҳои металлӣ, ки дар усули потенциометрӣ истифода бурда мешаванд, чунин таснифот карда мешаванд:

1. Электродҳои ғаёл:

* ҷинси I (мисол, электродҳои нуқрагин Ag/Ag^+ , мисин Cu/Cu^{2+} ва ғ.). Потенсиали ин гуна электродҳо аз ғаёлнокии иони металл Me^{n+} вобаста аст.

* ҷинси II (мисол, хлориднуқрагин $Ag, AgCl/KCl$ ва ғ.). Потенсиали ин гуна электродҳо аз ғаёлнокии анион An^{n-} (мисол, Cl^- - барои электроди хлориднуқрагин) вобаста аст.

2. Электродҳои инертӣ (мисол, электродҳои платинагӣ, тиллогӣ, паладигӣ, гидрогенӣ, хингидронӣ ва ғ.). Ин гуна электродҳо нақши гузаронандаи электронҳоро иҷро мекунад. Потенсиали ин гуна электродҳо аз таносубияти ғаёлноқӣ ва ё концентратсияи шаклҳои оксидшуда ва барқароршудаи ҷуфти оксиду-барқароршавӣ вобастагӣ доранд.

Ҷадвали 5
Характеристикаи муқоисавии электродҳо

Электродҳои электронмуовиза (металлӣ)	Электродҳои ионмуовиза (мембранагӣ)
Дар сарҳади миёни фазаҳо реаксияҳо бо иштироки электронҳо мегузарад.	Дар сарҳади миёни фазаҳо реаксияҳои мубодилаи ионӣ мегузарад.
Дорои гузаронандагии электронӣ мебошанд.	Дорои гузаронандагии ионӣ мебошанд.
Вобастагии миёни потенсиали мувозинатӣ ва ғаёлнокии ионҳо бо муодилаи Нернст ифода карда мешавад:	Вобастагии миёни потенсиали мувозинатӣ ва ғаёлноқӣ бо муодилаи Нернст ифода карда мешавад:
$E = E^0 + \frac{2,3RT}{nF} \lg \frac{a_{и.оксид.}}{a_{и.бирк.}};$	$E = const + \frac{2,3RT}{zF} \lg a;$

дар ин ҷо: n – шумораи электронҳои дар нимреаксия иштирок дошта; $a_{окс.}$ ва $a_{бирк.}$ – ғаёлнокии шакли оксидшуда ва барқароршудаи ҷуфти оксиду-барқароршавӣ	дар ин ҷо: z – заряди ион бо назардошти аломати он; a – ғаёлнокии ион дар маҳлул
--	---

Электродҳои мембранагӣ вобаста ба маводи мембрана ба навъҳои зерин ҷудо мешаванд:

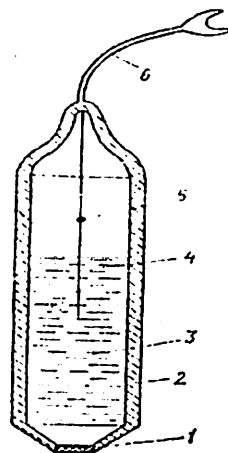
- мембранаи саҳт;
- мембранаи моеъ;
- ферментӣ ва ғ.

3.5. Электродҳои ионселективӣ

Электродҳои ионселективӣ (ЭИС) – ин худ датчикҳои мебошад, ки бо ёрии он метавон ғаёлнокии як навъ ионҳо дар иштироки дигар ионҳо муайян карда шавад.

Электродҳои ионселективӣ аз қисматҳои зерин иборатант:

- мембранаи нимгузаронанда 1 (як навъ ионҳо аз маҳлул ба дохили он мегузарад, дигар навъи ионҳо намегузаранд);
- маҳлули дохилии 3 бо концентратсияи доимии иони таҳлилшаванда;
- маҳлули дохилии муқоисавӣ 4;
- корпуси 2 ва сими васлкунада 6.



Расми 7. Сошти электроди ион - селективӣ

Ионҳо аз маҳлул ба мембрана аз ҳисоби равандҳои гуногун мегузаранд:

- муовизаи ионӣ, мисол, электродҳои шишагин, нитрат-селективӣ ва дигар;
- комплексхосилшавӣ;
- тақсимшавӣ;
- ҳалшавии моддаи таҳлилшаванда дар масолеҳи мембрана;
- эффекти Ғалберӣ, дар мавриди агар андозаи ион ба андозаи сӯроҳҳои мембрана баробар бошад.

Аввалин электроди ион-селективӣ (pH - ҳисқунандаи шишагин) соли 1909 аз ҷониби химикони олмонӣ Фритс Габер (1868-1934) ва полякӣ Зигмунд Клеменсевич (1886-1963) пешниҳод карда шуд. Аммо дар амалия ин электрод барои гузаронидани таҳлил танҳо солҳои 1920 истифода карда шуд. Соли 1937 И.М. Колтгоф ва Сандерс аввалин электроди дискшаклро дар асоси галогенидҳои нукра коркард намудаанд.

3.5.1. Навъҳои мембранаҳои электродҳои ион-селективӣ

1. Мембранаҳои шишагин аз навъҳои махсуси шишаҳо, ки ба мубодилаи ионҳо қобиланд, сохта мешаванд.
2. Мембранаҳои саҳти гомогенӣ аз монокристаллҳои намакҳои (LaF_3) ва ё намакҳои исканҷашуда ($\text{CuS}, \text{Ag}_2\text{S}$) тайёр карда мешаванд. Гузариши заряд аз ҳисоби нуксонҳои панҷараи кристаллӣ, яъне ҷойҳои холӣ бо ионҳои озоди ҳамсоя банд карда мешаванд.

3. Мембранаҳои саҳти гетерогенӣ аз моддаи саҳт сохта мешаванд, ки онҳо муовизаи ионҳоро таъмин мекунанд (катрони ионмуовиза, пайвасти камҳалшаванда, пайвасти комплекси хелатӣ), аммо дорои матритсаи ногузар (каучук, полиэтилен, полистирол) мебошанд:

Ионити саҳт + Матритсаи ногузар

4. Мембранаҳои моеъ аз моддаи моеъгӣ омода карда мешаванд, ки онҳо мубодилаи ионҳоро таъмин намуда, аз пайвасти полимерӣ (поливинилхлорид - ПВХ) ва пластификатор (эфирҳои кислотаҳои фталат, себасион ва ғ.) иборатанд:

Ионити моеъгӣ + Пайвасти полимерӣ + Пластификатор

Потенсиали электроди ион-селективӣ дар мавриди мавҷуд набудани ионҳои бегона

Агар электроди ион-селективиро ба дохили маҳлуле гузорем, ки дар он ионҳои таҳлилшавандаи А мавҷуданд, пас дар сатҳи даруна ва берунаи мембрана мубодилаи ионҳо ба амал меояд:

$$A(\text{мембрана}) \leftrightarrow A(\text{маҳлул})$$

Агар фаъолнокии ионҳои А дар маҳлулҳои беруна ва даруна баробар набоянд ($a'_A \neq a''_A$), пас фарқи потенциалҳо ба вучуд меояд:

$$E = E' - E'' = \frac{0,059}{z} \lg \frac{a'_A}{a''_A};$$

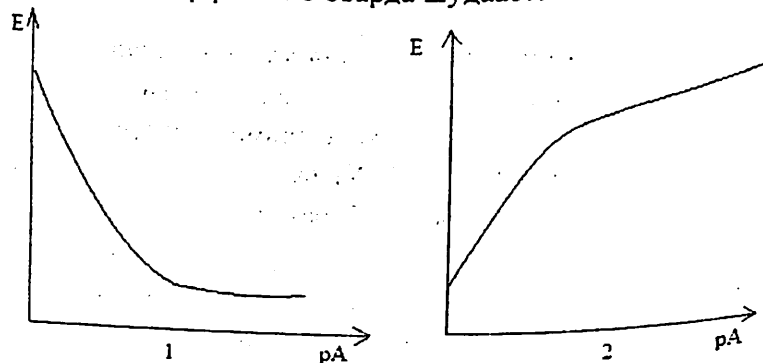
дар ин чо: E' ва E'' - потенциалҳои сарҳадии сатҳи даруна ва берунаи мембрана мебошанд, ки аз ҳисоби нобаробар тақсимшавии гузаронандаҳои ҷараён (ионҳо) ба вуҷуд меояд.

Аз сабаби он ки фаъолнокии ион дар маҳлули дохилии электрод доимӣ аст, яъне $a'_A = \text{const}$ аст, пас муодилаи шакли зеринро мегирад:

$$E = \text{const} + \frac{0,059}{z} \lg a'_A = \text{const} - \frac{0,059}{z} pA;$$

ки дар ин чо: const - бузургии доимӣ буда, ҳамаи киматҳои a'_A вобастагӣ надоранд, муттаҳид месозад;
 $pA = -\lg a'_A$.

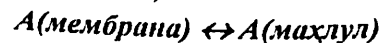
Намуди графикҳои вобастагии потенциали электроди ион-селективӣ аз pA дар расми 8 оварда шудааст:



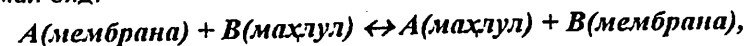
Расми 8. Вобастагии потенциали электроди ион-селективӣ аз pA : 1 – барои катионҳо (z – бузургии мусбат); 2 – барои анионҳо (z – бузургии манфӣ)

Потенциали электроди ион – селективӣ дар иштироки ионҳои бегона

Агар, электроди ион-селективӣ ба маҳлуле гузошта шавад, ки дар он ионҳои таҳлилшавандаи A ва ионҳои бегонаи B мавҷуд бошад, пас дар сатҳи даруна ва берунаи мембрана мубодилаи ионҳо ба миён меояд (реаксияи асосӣ):



Ба ҷуз аз реаксияи асосӣ эҳтимол аст, ки реаксияи иловагӣ низ ба амал ояд:



ва тавассути ин реаксия ионҳои бегонаи B ба мембрана ворид мешаванд. Дар ин маврид потенциали электроди ион-селективӣ бо муодилаи Николский (муодилаи модификатсияшудаи Нернст) ифода карда мешавад:

$$E = \text{const} + \frac{0,059}{z} \lg(a'_A + k_{A,B} \cdot a'^{A/zB});$$

дар ин чо: $k_{A,B}$ коэффитсиенти селективнокии электроди ион-селективӣ нисбат ба иони A дар иштироки иони бегонаи B ;

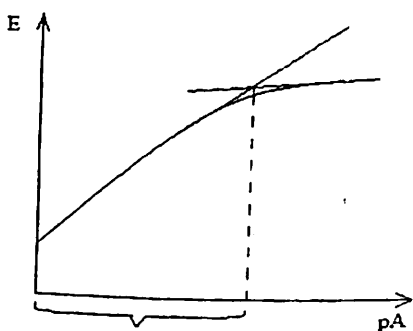
z_A, z_B – зарядҳои ионҳои A ва B .

3.5.2. Характеристикаҳои электрохимиявии электродҳои ион-селективӣ

Характеристикаҳои асосии электрохимиявии электродҳои ион-селективӣ инҳоянд:

- фосилаи иҷроиши функсияи электродӣ;
- нишебии функсияи электродӣ;
- ҳудуди муайянкунии иони потенциалмуайянкунанда;
- коэффитсиенти селективнокӣ;
- вақти ҷавоби электроди ион-селективӣ.

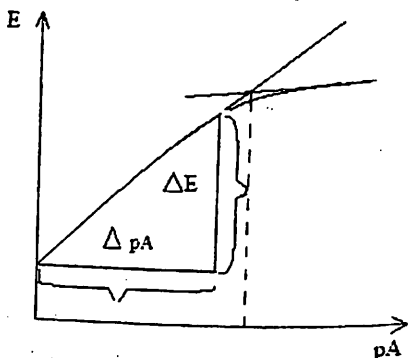
Ҳамаи характеристикаҳои дар боло зикргардида ба ҷуз аз вақти ҷавоби электроди ион-селективӣ аз рӯи графикҳои вобастагии потенциали электроди ион-селективӣ аз pA (расми 9) муайян карда мешаванд. Аз рӯи характеристикаҳои электродҳои ион-селективӣ хулосаҳо оид ба коршоям будани электрод бароварда мешаванд.



Расми 9. Фосилаи иҷроиши (доираи Нернст) функцияи электродӣ

Фосилаи иҷроиши (доираи Нернст) функцияи электродӣ – ин фосилаи хати рости вобастагии потенциали электрод (E) аз логарифмаи манфии фаъолнокии иони A (a_A) мебошад.

Нишебии функцияи электродӣ – ин коэффитсиенти кунҷии нишебии график мебошад. Ин бузургӣ дақиқии электроди ион-селективиро ифода карда, ба логарифмаи манфии зарбкунада дар муодилаи Нернст бударо ифода мекунад (расми 10).

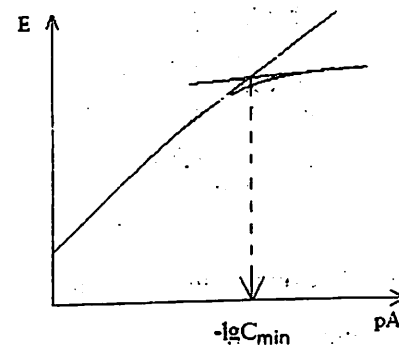


Расми 10. Нишебии функцияи электродӣ

Ҳамин тарик, барои ионҳое, ки зарядашон ± 1 аст, ин бузургӣ дар ҳарорати 20°C бояд 58 мВ – ро ташкил диҳад, барои ионҳое, ки зарядашон ± 2 аст, 29 мВ ва ғ.

Ҳудуди муайянкунии иони потенциалмуайянкунанда ($C_{\min}$, p) – ин концентратсияи минималии ион буда, онро бо дақиқияти додашуда бо ёрии электроди ион-селективӣ муайян кардан мумкин аст. Барои муайян кардани $C_{\min}$ дар аксар маврид қитъаи хати рости вобастагии $E = pA$ – ро экстраполятсия мекунад. Нуктаи хати буриш дар тири абссис ба қимати $-\lg C_{\min}$, P мувофиқ аст (расми 11).

Коэффитсиенти селективнокӣ ($k_{A,B}$) имконияти кори электродро дар иштироки ионҳои ҳалалрасон нишон дода, таъсири ионҳои бегонаи B – ро ба потенциали электроди ба ионҳои A – селективнок ифода мекунад. Ҳар қадаре, ки $k_{A,B}$ паст бошад, ҳамон қадар селективнокии электрод баланд аст.



Расми 11. Ҳудуди муайянкунии иони потенциалмуайянкунанда

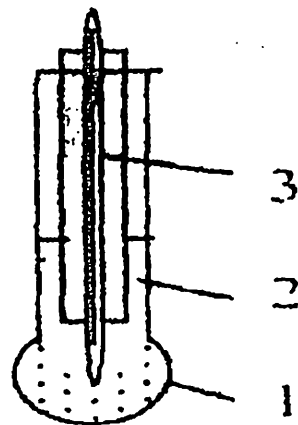
Вақти ҷавоби электрод – ин вақти барқарор шудани потенциали статсионарӣ мебошад. Одатан барои маҳлулҳои концентронид (10^{-4} - 10^{-2} М) вақти ҷавоби электрод на зиёда аз 10 - 15 сония мебошад, аммо барои маҳлулҳои серобкарда (10^{-5} М) вақти ҷавоби электрод то якчанд дақиқаҳоро ташкил медиҳад. Вақти ҷавоби электрод аз намуди электрод вобастагӣ дорад.

Электроди шишагин

Яке аз электродҳои ион-селективӣ, ки дар амалия таҳлил ба таври васеъ истифода карда мешавад, ин электроди шишагин мебошад. Электроди шишагин – ин электроди ион-селективӣ ба ионҳои H^+ – ҳассоснок мебошад.

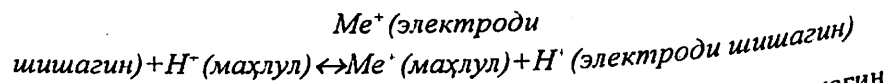
12): Электроди шишагин аз қисматҳои зерин иборат аст (расми

- мембранаи рН – ҳассосноки шишагин (1);
- маҳлули дохилӣ бо консентратсияи доимии ионҳои H^+ (одатан маҳлули 0,1М НСl ва ё маҳлули буферӣ) (2);
- электроди муқоисавии хлорнукрагини дохилӣ (3).



Расми 12. Сохти электроди шишагин

Мембрана аз шишаи махсус тайёр карда мешавад. Зимни ворид кардани электроди шишагин ба маҳлулҳои металлҳои ишқорӣ ионҳои Me^+ ($Me^+ = Na^+, Li^+$) аз шиша ба ионҳои H^+ - и маҳлул мубодила мешаванд:



Баъдан дар сатҳи беруна ва дохилаи мембранаи шишагин мувозинати зерин барқарор мешавад:



Агар фаъолнокии ионҳои H^+ дар маҳлулҳои дохил ва берунӣ (a'_{H^+} ва a''_{H^+}) нобаробар бошанд, пас фарқи потенциалҳо ба вуҷуд ояд:

- дар мавриди $2 \leq pH \leq 9$ будан муодилаи Нернст барои электроди шишагин чунин шакл дорад:

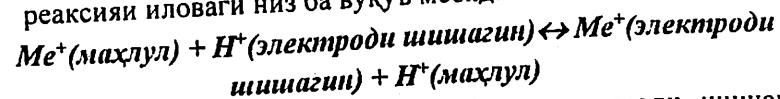
$$E = const + 0,059 \lg a'_{H^+} = const - 0,059 pH;$$

дар ин ҳо: const – бузургии доимӣ буда, аз намуни шиша, ҳарорат ва a_{H^+} вобастагӣ дорад. Ба он потенциалҳои электродҳои даруна ва берунаи электроди муқоисавӣ ва потенциали асимметрия дохил мешаванд.

Потенсиали асимметрий – ин фарқи потенциалҳо буда, дар мавриди $a'_{H^+} = a''_{H^+}$ будан пайдо мешавад.

Сабаби пайдо шудани потенциали асимметрий ва ё худ «потенсиали паразитӣ» ин фарқ миёни структура ва таркиби сатҳи даруна ва берунаи мембранаи шишагин мебошад. Потенсиали мазкур бо мурури замон тағйир меёбад, аз ин лиҳоз, электроди шишагин бояд мунтазам бо маҳлулҳои буферӣ калибронидида мешавад.

- дар мавриди $pH > 10$ будан, ба ҷуз аз реаксияи асосӣ боз реаксияи иловагӣ низ ба вуҷӯъ меояд:



Дар ин ҳолат муодилаи Нернст барои электроди шишагин чунин шаклро дорад:

$$E = const + 0,059 \lg (a'_{H^+} + k_{H^+, Me^+} \cdot a_{Me^+});$$

Интиҳоби системаи электродҳо барои гузаронидани таҳлил

Дар ҳар як ҳолати конкретии гузаронидани таҳлил бо истифода аз усули потенциометрий таҳлилкунанда бояд системаи электродиро боасос интиҳоб намояд.

Электроди индикаторӣ мувофиқ ба талаботи он ва вобаста ба:

- типии реаксияи химиявӣ;
- табиати ионҳои таҳлилшаванда

интихоб карда мешавад.

Электроди мукоисавӣ мувофиқ ба талаботи он интихоб карда мешавад. Дар химияи таҳлилий дар аксар маврид ба сифати электроди мукоисавӣ электроди хлорнукрагин истифода карда мешавад. Электроди хлорнукрагин силсилаи истехсол карда мешавад ва худ электроди чинси II-юм мебошад. Маълумотҳои асосӣ оид ба электроди хлорнукрагин дар ҷадвали 6 оварда шудааст.

Ҷадвали 6

Маълумотҳои асосӣ оид ба электроди хлорнукрагин

Тарҳи электрод	Ag, AgCl/KCl
Реаксияи электродӣ	$\text{AgCl} + e^- = \text{Ag}^0 + \text{Cl}^-$
Муодилаи Нернст	$E = E^0 - 0,059 \lg a_{\text{Cl}^-}$

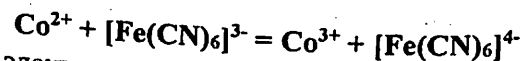
3.5.3. Интихоби электродҳои индикаторӣ барои реаксияҳои химиявии навъҳои гуногун

1. Титркунии кислотагӣ-асосӣ, муайянкунии pH – маҳлул

Дар ин маврид электроди индикаторӣ бояд ба ғайриқиммати ионҳои H^+ (ва ё қимати pH маҳлул) ҳассоснок бошад. Ба ин гуна электродҳо электроди шишагӣ дохил мешавад.

2. Титркунии кислотагӣ – асосӣ, муайянкунии потенциали маҳлул

Дар ин маврид ба ҳайси электродҳои индикаторӣ электродҳои металли инертӣ истифода мекунам. Ин гуна электродҳо ба ҳайси гузаронандаҳои электронҳо истифода карда мешаванд. Мисол, зимни титр кардани маҳлули Co^{2+} бо маҳлули $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ реаксияи зерин ба амал меояд:



Ба ҳайси электроди индикаторӣ электроди платинагӣ инертӣ истифода карда мешавад. Потенсиали электроди мазкур то расидан ба нуқтаи эквивалентӣ бо мавҷудияти ҷуфти $\text{Co}^{3+}/\text{Co}^{2+}$ муайян

карда мешавад, зеро дар маҳлул ҳоло ҳам ионҳои Co^{2+} ва Co^{3+} ҳузур доранд. Пас, муодилаи Нернст барои электроди платинагӣ то расидан ба нуқтаи эквивалентӣ дар намуди зерин навишта мешавад:

$$E_{\text{Pt}} = E^0_{\text{Co}^{3+}/\text{Co}^{2+}} + 0,059 \lg \frac{C_{\text{Co}^{3+}}}{C_{\text{Co}^{2+}}};$$

Баъд аз нуқтаи эквивалентӣ дар маҳлул ҷуфти оксиду-барқароршавии нав $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}/\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ аз ҳисоби маҳсули реаксия ва миқдори барзиёди титрант ба вуҷуд меояд. Потенсиали электроди платинагиро аз рӯи муодилаи зерин муайян мекунам:

$$E_{\text{Pt}} = E^0_{[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}/[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}} + 0,059 \lg \frac{C_{[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}}}{C_{[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}}};$$

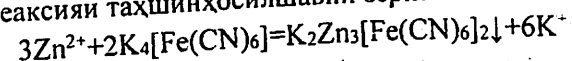
3. Титркунии таҳшинҳосилшавӣ

Дар ин ҳолат ба ҳайси электроди индикаторӣ электродҳоеро интихоб мекунам, ки онҳо ба иони таҳлилшаванда ва ё ба титрант ҳассоснок бошанд:

- электродҳои чинси I;
- электродҳои чинси II;
- электродҳои ион-селективӣ.

Мисол, барои титр кардани ионҳои Cl^- бо маҳлули AgNO_3 метавон электроди нукрагинро Ag/Ag^+ (электроди чинси I ба ғайриқиммати ионҳои Ag^+) ва ё электроди хлорнукрагин Ag, AgCl/KCl (электроди чинси II ба ғайриқиммати ионҳои Cl^- ҳассоснок аст) истифода кард.

Ба ҷуз аз ин зимни гузаронидаи титркунии таҳшинҳосилшавӣ метавон аз электроди инертӣ платинагӣ низ истифода кард, агар дар маҳлул ба таври сулфид ҷуфти оксиду-барқароршавӣ ташкил шавад. Мисол, зимни титр кардани маҳлули Zn^{2+} бо маҳлули $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ реаксияи таҳшинҳосилшавии зерин ба амал меояд:



Дар реаксияи мазкур ягон элементи химиявӣ дараҷаи оксидшавии худро тағйир намедихад, яъне, дар маҳлул ҷуфти оксиду-барқароршавӣ мавҷуд нест ва истифодаи электроди платинагӣ бе асос аст. Аммо агар ба маҳлул пеш аз титркунӣ каме маҳлули $K_3[Fe(CN)_6]$ илова шавад, пас дар он ҷуфти $[Fe(CN)_6]^{3-}/[Fe(CN)_6]^{4-}$ ҳосил мешавад. Зимни титр кардан концентратсияи яке аз компонентҳои $K_3[Fe(CN)_6]$ доимӣ боқӣ мемонад, концентратсияи компоненти дигар $K_4[Fe(CN)_6]$ тағйир меёбад.

4. Титркунии комплексометрӣ

Дар ин ҳолат ба ҳайси электродҳои индикаторӣ электродҳоеро истифода мебаранд, ки онҳо ба иони таҳлилшаванда ҳассоснок бошанд:

- электродҳои ҷинси I;
- электродҳои ион-селективӣ.

Ба ҷуз аз ин, метавон электроди платинагиро низ истифода кард ё ин ки дар маҳлул ба таври сунъӣ ҷуфти оксиду-барқароршавӣ таҳкил карда шавад. Мисол, зимни титр кардани ионҳои Fe^{3+} бо маҳлули комплексони III ба маҳлул каме Fe^{2+} илова карда, электроди платинагиро истифода меkunанд.

Кори лаборатории № 5

Муайян кардани HCl дар маҳлули обӣ

Муайянкунӣ ба титркунии маҳлули обии кислотаи гидрогенхлорид бо нишондоди потенциометрии нуктаи эквивалентӣ асос карда шудааст.

Мақсади кор: аз худ кардани усули титркунии потенциометрии кислотаҳои кавӣ.

Асбобҳо, зарфҳо ва реактивҳо

Потенсиометри дар речаи pH ва ё pH-метр
Электродҳои шишагин ва хлорнуқрагин
Истакони химиявӣ гунҷоишаш 50 мл

Бюреткаи ченақдори гунҷоишаш 10 мл
Колбаи титркунӣ гунҷоишаш 100мл
Маҳлули гидроксидаи натрий концентратсияаш 0,1мол/л
Маҳлули кислотаи хлоргидроген концентратсияаш 0,1 мол/л (фиксанал)
Маҳлули метили норинҷӣ концентратсияаш 0,1%

Иҷроиши кор

Пеш аз огози кор бояд тартиби кор дар асбобро омӯхт.

Таҳлил аз ду қисмат иборат аст – муайян кардани титри маҳлули кории NaOH ва муайян кардани HCl дар маҳлули таҳлилшаванда. Маҳлули титранти NaOH зимни нигоҳ доштан усулвор нест, зеро аз ҳаво дуоксиди карбонро фуру мебарад. Аз ин лиҳоз, титри маҳлули корӣ тағйир меёбад ва муайян кардани титри он бо маҳлули HCl (фиксанал) муҳим аст.

Муайян кардани титри маҳлули кории NaOH. Бюреткаро бо маҳлули кории NaOH пур карда, аз қисмати поёнии бюретка ҳаворо мебароранд. Бо ёрии қатрарез 10 мл маҳлули HCl (фиксанал)-ро ба колбаи конусшакл гирифта, ба болои он якчанд қатра метили норинҷӣ илова меkunанд. Маҳлули ҳосилшударо бо маҳлули кории NaOH то тағйир ёфтани ранги маҳлул титр меkunанд. Титркуниро 2-3 маротиба такрор намуда, ҳаҷми миёнаи маҳлули кориро ҳисоб меkunанд.

Концентратсия ва титри маҳлули ишқор аз рӯи формулаҳои зерин ҳисоб карда мешавад:

$$C(1/1NaOH) = \frac{C(1/1HCl) \cdot V(HCl)}{V(NaOH)}$$

$$T(1/1NaOH) = \frac{C(1/1NaOH) \cdot M(NaOH)}{1000}$$

Муайян кардани HCl. Бюреткаро бо маҳлули кории NaOH пур меkunанд. Ба ячейкаи потенциометрӣ намунаи таҳлилшавандаи маҳлули HCl гирифта, ба дохили он ду электрод – шишагин ва

хлорнукрагин гузошта мешавад. Нӯги бюреткаро чунин мегузоранд то маҳлули корӣ бевосита ба маҳлули таҳлилшаванда резад.

Маҳлули корӣ бо воияи 1 мл ба маҳлули таҳлилшаванда рехта мешавад. Баъд аз илова кардани ҳар як воия маҳлули корӣ ба болои маҳлули таҳлилшаванда маҳлулро нағз омехта карда, қимати pH – и маҳлулро чен мекунанд. Натиҷаҳои таҳлилро дар ҷадвал пур мекунанд.

Рақами тартибии таҷриба	Ҳаҷми маҳлули ишқор, мл	pH

Аз рӯи натиҷаҳои ченкуниҳо қачхатаи интегралӣ дар координатаҳои $pH=f(V)$ барои муайян кардани ҷаҳиши потенциал ва нуқтаи эквивалентӣ сохта мешавад.



Баъд аз иваз кардани маҳлул электродҳоро бо оби дистиллӣ мешӯянд.

Воияи дуҷома маҳлули таҳлилшавандаи HCl ба ячейка гузошта, дар наздикии қиматҳои ҷаҳиши потенциалҳо (0,5 мл аз ду тарафи нуқтаи эквивалентии қачхатаи интегралӣ) титр мекунанд. Маҳлули кориго бо миқдори 0,1 мл илова мекунанд. Натиҷаҳои таҳлил дар ҷадвал навишта мешаванд.

Рақами таҷриба	Ҳаҷми маҳлули ишқор, мл	pH	$\Delta pH/\Delta V$

Таносубияти $\Delta pH/\Delta V$, ки дар ин ҷо $\Delta pH=pH_2-pH_1$ – фарқи миёни pH ду ченкуниҳо; $\Delta V = V_2 - V_1$ – фарқи миёни ҳаҷмҳои маҳлули корӣ ба қиматҳои pH_2 ва pH_1 мувофиқ буда. Аз рӯи натиҷаҳои ченкуниҳо қачхатаи дифференциалиро дар координатаҳои $\Delta pH/\Delta V=f(V)$ месозанд. Ҳаҷми маҳлули NaOH, ки барои титр кардани маҳлули таҳлилшаванда сарф шудааст, меёбанд.

Ҳисоббарориҳо. Массайи HCl (мг) аз қонуни эквивалентҳо ҳисоб карда мешавад:

$$m(HCl) = C(1/1NaOH) \cdot V(HCl) \cdot M(1/1HCl);$$

Ҳатогии нисбии муайянкунии HCl муайян карда мешавад.



Баъд аз анҷоми кор электродҳоро дар маҳлули ишқор гузоштан мумкин нест. Ячейкаро бо оби дистиллиат пур мекунанд.

Кори лаборатории №6

Муайян кардани кислотанокии маҳсулоти ширӣ

Муайянкунӣ ба титркунии потенциометрии намакҳои турш, ки дар таркиби шир, қаймоқ, йогурт, кефир ва дигар маҳсулотҳои ширӣ мавҷуд аст, асос карда шудааст.

Мақсади кор: аз худ кардани механизми титркунии потенциометрии кислотагӣ-асосӣ ва муайян кардани кислотанокии шир, қаймоқ, йогурт, ва кефир.

Асбобҳо, зарфҳо ва реактивҳо

- Таҷҳизот барои титркунии потенциометрӣ бо электродҳои шишагин ва хлорнукрагин
- Истакони химиявӣ (ячейка) ғунҷошаш 50 мл
- Бюректа ғунҷошаш 25 мл
- Қиф диаметраш 3 см
- Қатрарези ченақдор ғунҷошаш 10 мл
- Силиндри ченақдор ғунҷошаш 25 мл
- Маҳлули кори гидроксидаи натрийи концентратсияш 0,1 моль/л

Иҷроиши кор

Таҳлил. Ба ячейкаи электролитӣ бо ёрии қатрарез 10,0 мл маҳсулоти ширӣ гирифта, ба болои он 20 мл оби дистиллӣ илова мекунанд. Ба дохили маҳлул электродҳоро гузошта, зимни мунтазам омехтакунӣ бо маҳлули корӣ титр мекунанд. Титркуниро

то тағйирёбии калони рН идома медиҳанд. Аз рӯи натиҷаҳои таҳлил қачхатаи титрониданро дар координатаҳои $pH=f(V_1)$ (интегралӣ) ва $\Delta pH/\Delta V=f(V_1)$ (дифференциалӣ) месозанд. Аз рӯи графики дифференциалӣ нуқтаи эквивалентиро, яъне ҳаҷми сарфшудаи маҳлули кориро муайян мекунанд.

Ҳисоббарориҳо. Кислотанокии шир, қаймоқ, йогурт ва кефир (К. дараҷаи Тернер) аз рӯи формулаи зерин ҳисоб карда мешавад:

$$K = 10 \cdot V$$

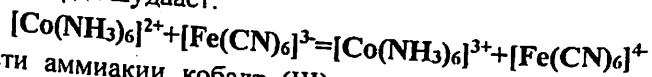
ки дар ин ҷо: $V(NaOH)$ – ҳаҷми маҳлули корӣ, ки барои титркунӣ сарф шудааст, мл.

10 – коэффитсиенти ҳисоббарорӣ бар 100мл маҳсулоти ширӣ.

Кори лаборатории № 7

Муайян кардани миқдори кобалт (II) дар маҳлул

Муайянкунии кобалт (II) бо усули титронидани оксиду-барқароршавӣ дар реаксияи оксидшавии пайвастиҳои комплекси ионҳои кобалт (II) ба гексасианоферрати (III) калий дар муҳити аммиакӣ асос карда шудааст:



Пайвасти аммиакии кобалт (III) дорои ранги сурхи олуҷаранг буда, интенсивияти ранг бо наздик шудан ба нуқтаи эквивалентӣ зиёд мешавад. Аз ин лиҳоз, кори мазкур худ мисоли мушаххас оид ба исботи муайянкунии потенциометрии нуқтаи эквивалентӣ нисбат ба истифодаи индикаторҳо мебошад. Нуқтаи эквивалентиро аз рӯи тағйирёбии калони потенциал аз катраи маҳлули титрант муайян мекунанд.

Асбобҳо ва реактивҳо

Волтметр

Электроди индикатории платинагӣ ва электроди муқоисавии хлорнуқрагин

Маҳлули сулфати кобалт (II) концентратсияш 0,05н

Маҳлули гексасианоферрати (III) калий концентратсияш 0,05н

Маҳлули буферии аммиакӣ $pH = 10$

Иҷроиши кор

1. Муайян кардани концентратсияи аниқи маҳлули кобалт (II). Ба истакони химиявӣ барои титронидан 5,0 мл маҳлули намаки кобалт (II), 25 мл маҳлули буферии аммиакӣ $pH=10$ гирифта, ҳаҷми маҳлулро бо оби дистиллиат то 60-100 мл мерасонанд. Ба маҳлул электродхоро гузошта, зимни мунтазам омехтакунӣ (бо ёрии омехтакунаи магнитӣ) КЭХ - ро баъд аз илова кардани вояҳои маҳлули титрант (гексасианоферрати (III) калий) чен мекунанд. Агар тағйирёбии потенциал миёни нуқтаҳои титронидан кам аз 10мВ бошад, пас маҳлули кориро бо вояи 1,0 мл ба маҳлули таҳлилшаванда илова мекунанд. Дар мавриде, ки фарқи қимати потенциали нуқтаҳои титронидан зиёд аз 10 мВ бошад, пас маҳлули гексасианоферрати (III) калийро бо вояи 0,5 мл илова мекунанд. Агар зимни титронидан фарқи қимати потенциал зиёда аз 20 мВ – ро ташқил диҳад, пас маҳлули гексасианоферрати (III) калий бо вояи 0,1 мл илова карда мешавад. Баъд аз расидан ба нуқтаи эквивалентӣ (қаҳиши потенциал аз як катраи маҳлули титрант) иловакунии маҳлули гексасианоферрати (III) калий бо вояи 0,1 мл давом дода мешавад. Аз рӯи натиҷаҳои титркунии потенциометрӣ концентратсияи аниқи маҳлули кобалт(II) муайян карда мешавад.

2. Муайян кардани миқдори кобалт(II) дар маҳлули контролӣ

Муайян кардани миқдори кобалт (II) дар маҳлули таҳлилшаванда низ бо методикаи дар боло зикр гардида гузаронида мешавад.

Натиҷаҳои таҳлил дар ҷадвал пур карда мешаванд.

$V, K, [Fe(CN)_6]$	E, мВ	ΔV , мл	ΔE , мВ	$\Delta E/\Delta V$ мВ/мл

Қаҷхатаҳои интегралӣ ва дифференциалиро сохта, аз рӯи онҳо ҳаҷми сарфшудаи маҳлули кориро муайян мекунанд.

Микдори кобалт (m_{Co} , г) аз рӯи формулаи зерин ҳисоб карда мешавад:

$$m_{Co} = \frac{(N \cdot V)_{K_2[Fe(CN)_6]} \cdot M_{Co}}{1000};$$

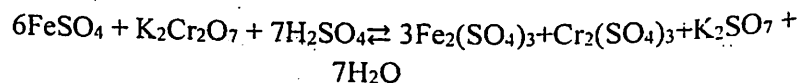
дар ин ҷо: N, V – консентратсияи нормалӣ ва ҳаҷми маҳлули қорӣ дар нуқтаи эквивалентӣ, мол-экв/л, мл;

M_{Co} – массаи молярии эквиваленти кобалт, г/мол-экв.

Кори лаборатории №8

Муайян кардани оҳан дар иштироки хром ва никел

Муайянкунӣ дар титркунии оҳани дувалента бо маҳлули диҳромати калий асос карда шудааст:



Нуқтаи эквивалентӣ аз рӯи тағйирёбии потенциал аз қатраи диҳромати калий муайян карда мешавад.

Асбобҳо ва реактивҳо

Волтметр

Электроди индикатории платинагӣ

Электроди муқоисавии хлорнуқрагин

Намаки Мор консентратсияш 0,05н

Хлориди никел (II) консентратсияш 0,1мол/л

Хлориди хром (III) консентратсияш 0,1 мол/л

Кислотаи сулфат (1:4)

Иҷрои кор

1. Муайян кардани консентратсияи аниқи намаки Мор.

Ба истакони химиявӣ барои титр қардани 5,0 мл маҳлули намаки оҳан (II) (намаки Мор), 5,0 мл маҳлули намаки хром ва никел, 10,0 мл кислотаи сулфат (1:4) рехта, ҳаҷми маҳлулро бо оби дистиллиат

то 60-100 мл мекунад. Электродҳоро ба ячейка гузошта, зимни мунтазам омехтакунӣ (бо ёрии омехтакунаки магнитӣ) баъд аз илова кардани маҳлули қорӣ КЭХ-и системаро чен мекунад.

Агар тағйирёбии кимати потенциал миёни лаҳзаҳои титронидан кам аз 10 мВ бошад, пас ҳаҷми воёи маҳлули титрант 1,0 мл гирифта мешавад. Дар мавриде, ки фарқи миёни киматҳои потенциал зиёда аз 10 мВ бошад, пас маҳлули диҳромати калий бо воёи 0,5мл илова карда мешавад. Зимни фарқи потенциалҳо зиёда аз 20мВ бошад, маҳлули диҳромати калий бо микдори 0,1мл илова карда мешавад. Баъд аз расидан ба нуқтаи эквивалентӣ (чаҳиши қарда мешавад. Баъд аз расидан ба нуқтаи эквивалентӣ (чаҳиши қарда мешавад. Баъд аз расидан ба нуқтаи эквивалентӣ (чаҳиши қарда мешавад. Титркуниро анҷом дода, яқҷанд киматҳоро пеш ва баъд аз расидан ба нуқтаи эквивалентӣ қайд мекунад.

2. Муайян кардани миқдори оҳан (II) дар маҳлули контролӣ.

Муайянкунии миқдори оҳан (II) дар маҳлули таҳлилшаванда ба монанди ченкуниҳои дар боло зикр гардида гузаронида мешавад.

Натиҷаҳои титрониданро дар ҷадвал қайд мекунад:

Ҳаҷми $V_{K_2Cr_2O_7}$, мл	E , мВ	ΔV , мл	ΔV , мВ	$\Delta E/\Delta V$, мВ/мл

Қаҷхатаҳои титронидани интегралӣ ва дифференциалиро сохта, аз рӯи онҳо ҳаҷми маҳлули титрант, ки барои титронидан сарф шудааст, муайян карда мешавад.

Микдори оҳан (II) (m_{Fe} , г) аз рӯи формулаи зерин ҳисоб карда мешавад:

$$m_{Fe} = \frac{(N \cdot V)_{K_2Cr_2O_7} \cdot M_{Fe}}{1000};$$

ки дар ин ҷо: N – консентратсияи нормалии маҳлули титрант, мол-экв/л;

V – ҳаҷми маҳлули титрант мл;

M_{Fe} – массаи молярии эквиваленти оҳан, г/мол-экв.

Кори лаборатории №9

Муайян кардани коэффитсиенти селективнокии электроди ион-селективӣ

Яке аз характеристикаҳои муҳими электродҳои ион-селективӣ ин худ коэффитсиенти селективнокии $K_{A/B}$ мебошад. Коэффитсиенти селективнокии то кадом андоза ҳассоснокии электродро ба ионҳои потенциалмуайянкунандаи А дар иштироки ионҳои бегонаи В нишон медиҳад. Яъне коэффитсиенти селективнокии таъсири нисбии ионҳои муайяншаванда ва бегонаро ба қимати потенциали мембранагӣ нишон дода, қобилияти ҳисскунии мембранаро ифода мекунад. Ҳар кадаре, ки коэффитсиенти селективнокии паст бошад, ҳамон қадар электроди мазкур ба ионҳои таҳлилшаванда дар иштироки ионҳои бегона ҳассоснок аст.

Барои омӯзиши селективнокии электрод усули консентратсияи доимии иони ҳалалрасон истифода карда мешавад. Мувофиқи ин усул силсилаи маҳлулҳои стандартӣ иони таҳлилшаванда бо консентратсияи доимии иони ҳалалрасанд тайёр карда мешаванд. Барои электродҳои ион-селективӣ навъҳои гуногун таъсири ионҳои ҳалалрасон омӯхта мешавад.

Асбобҳо ва реактивҳо

Иономери И – 160МИ

Электроди ион-селективӣ

Электроди муқоисавии хлорнукрагин

Омехтакунаки магнитӣ

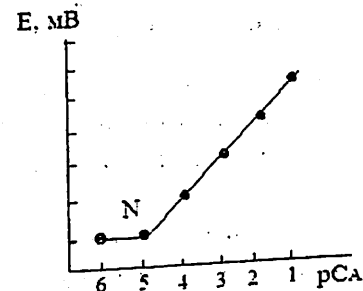
Намаки иони таҳлилшаванда консентратсияш 0,1 мол/л

Намаки иони бегона консентратсияш 0,1 мол/л

Иҷрои кор

Барои муайян кардани коэффитсиенти селективнокии бо усули консентратсияи доимии иони бегона силсилаи маҳлулҳои стандартӣ иони таҳлилшаванда бо консентратсияи 10^{-6} - 10^{-1} мол/л

тайёр карда мешаванд. Консентратсияи иони бегона бошад, дар онҳо доимӣ аст, яъне 10^{-3} мол/л. Баъдан қимати рН-и маҳлулҳо чен карда мешаванд. Электродҳоро ба маҳлулҳои таҳлилшаванда гузошта, кЭХ – и системаи электроди ион-селективӣ ва хлорнукрагин чен карда мешавад. Дар асоси қиматҳои ба даст оварда графикаи ченақдори вобастагии $E = f(-\lg C_A)$ (расм) сохта мешавад.



Расми 13. Муайян кардани коэффитсиенти селективнокии бо усули консентратсияи доимии моддаи таҳлилшавандаи электроди ион-селективӣ, ки функцияи катиониро зохир мекунамд

Нуктаи буриши хатҳои рости экстраполятсиякарда ба баробарии потенциалҳои ионҳои асосӣ ва бегона мувофиқ аст. Коэффитсиенти селективнокии потенциометрии электроди ион-селективӣ нисбат ба иони ҳалалрасон ҳамчун таносубияти консентратсияи минималии иони муайяншаванда ҳисоб карда мешавад, ки дар он КЭХ аз консентратсияи иони ҳалалрасон вобаста нест:

$$K_{A/B} = \frac{C_A}{C_B};$$

дар ин ҷо: C_A – консентратсияи иони муайяншаванда дар нуктаи N , мол/л;

C_B – консентратсияи иони ҳалалрасон, 10^{-3} мол/л.

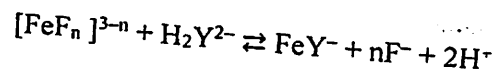
Мисол, дар расми додашуда коэффитсиенти селективнокӣ чунин ҳисоб карда мешавад:

$$K_{A/B} = \frac{C_A}{C_B} = \frac{1 \cdot 10^{-4}}{1 \cdot 10^{-3}} = 0,1$$

Кори лаборатории № 10

Муайян кардани оҳан (III) бо усули титронидани комплексонометрӣ

Муайянкунии оҳан (III) дар маҳлулҳои обӣ ба титронидани комплексонометрии пайвасти комплекси фториди оҳан бо маҳлули стандартӣ комплексон (III) дар муҳити кислотаи гидрогенхлорид бо ёрии электроди индикатории фторидселективӣ асос карда шудааст. Ба ҳайси электроди муқоисавӣ электроди хлорнуқрагин истифода карда мешавад. Зимни титронидан реаксияи зерин ба амал меояд:



Дар рафти реаксияи мазкур пайвасти устувори комплекси оҳан(III) бо комплексон (III) ҳосил шуда, ионҳои фторид озод мешаванд, ки дар натиҷа онҳоро бо ёрии электроди фторидселективӣ метавон муайян кард.

Асбоб ва реактивҳо

Иономер И-160МП

Электроди индикатории фторид-селективӣ

Электроди муқоисавии хлориднуқрагин

Омехтакунаки магнитӣ

Маҳлули комплексон (III) концентратсияаш 0,05 мол/л

Маҳлули хлориди оҳан (III) концентратсияаш 0,05 мол/л.

Маҳлули фториди натрий концентратсияаш 0,1 мол/л (маҳлули корӣ концентратсияаш 0,001 мол/л зимни серобкунии маҳулули 0,1 мол/л бо оби дистиллӣ тайёр карда мешавад)

Маҳлули кислотаи хлоргидроген концентратсияаш 0,1 мол/л

Иҷрои кор

1. *Омодакунии электродҳо ба кор.* Пеш аз муайян кардани оҳан (III) дар маҳлул бояд аввал электроди фторид-селективӣ ба кор омода карда шавад. Барои ин, ба ячейкаи титронидан 30-40 мл оби дистиллӣ рехта, ба дохили он электродҳоро мегузоранд. Баъдан омехтакунаки магнитиро васл намуда, электродҳоро то барқарор шудани қимати потенциали доимӣ тар мекунанд.

2. *Стандартизатсияи маҳлули комплексон (III).* Концентратсияи аниқи маҳлули комплексон (III) аз рӯи маҳлули стандартӣ намаки оҳан (III) муайян карда мешавад. Барои ин, ба ячейкаи титронидан бо ёрии катрарез 5,0 мл маҳлули стандартӣ намаки оҳан(III) рехта, ба болои он 2 мл маҳлули 0,1 мол/л кислотаи хлоргидроген, 1 мл маҳлули 0,001 мол/л фториди натрий ва 20-30 мл оби дистиллӣ илова мекунанд. Электродҳоро ба дохили он гузошта, омехтакунаки магнитиро васл намуда, бо маҳлули комплексон (III) титр мекунанд. Баъд аз илова кардани вояҳои навбатии маҳлули титрант қиматҳои ҚЭХ – и системаро ба қайд мегиранд. Зимни расидан ба нуктаи эквивалентӣ титркуниро то тағйирёбии начандон зиёди ҚЭХ идома медиҳанд. Аз рӯи қиматҳои ба даст оварда қачхатаи титронидан сохта мешавад. Аз рӯи ин қачхата ҳаҷми маҳлули корӣ дар нуктаи эквивалентӣ муайян карда шуда, концентратсияи аниқи маҳлули комплексон (III) аз рӯи формулаи зерин ҳисоб карда мешавад:

$$C_{K_{III}} = \frac{(C \cdot V)_{Fe}}{V_{K_{III}}};$$

дар ин ҷо: C_{Fe} – концентратсияи намаки оҳан (III), мол/л; V_{Fe} – ҳаҷми намаки оҳан (III), мл; $V_{K_{III}}$ – ҳаҷми маҳлули комплексон (III), мл.

3. *Муайян кардани миқдори оҳан (III) дар маҳлули таҳлилшаванда.* Ба маҳлули таҳлилшавандаи намаки оҳан (III) 2 мл маҳлули 0,1 мол/л фториди натрий ва 40-50 мл оби дистиллӣ илова мекунанд. Муайянкунии маҳлули таҳлилшавандаи оҳан (III) мувофиқи методикаи дар боло зикргардида гузаронида мешавад. Аз

рӯи натиҷаҳои ба даст оварда қарҳатаи титрониданро месозанд. Аз рӯи ин қарҳата ҳаҷми маҳлули титрантро дар нуқтаи эквивалентӣ муайян намуда, миқдори оҳан (III) аз рӯи формулаи зерин ҳисоб қарда мешавад:

$$m_{Fe} = \frac{(C \cdot V)_{K_{III}} \cdot M_{Fe}}{1000};$$

Дар ин ҷо: M_{Fe} — массаи молярии маҳлули оҳан (III), г/мол; $C_{K_{III}}$ — консентратсияи маҳлули комплексон III, мол/л; $V_{K_{III}}$ — ҳаҷми маҳлули комплексон III, мл.

БОБИ IV. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ ВОЛТАМПЕРОМЕТРИ

4.1. Асосҳои назариявии усули волтамперометрии

Волтамперометрия — маҷмӯи усулҳои электрохимиявии таҳлил буда, ба омӯзиши вобастагии қувваи қараён дар ячейкаи электролитӣ аз потенциали микроэлектроди дар маҳлули таҳлилшаванда қойгирбуда, ки дар он реаксияи электрохимиявӣ бо иштироки моддаи таҳлилшаванда мегузарад, асос қарда шудааст.

Аввалин маротиба дар таҳлил усули волтамперометрияро Я.Гейровский истифода қард. Усули қорқардшудаи ӯ бо истифода аз электроди симобии ҷаққишӣ номи полярографияро гирифт. Истилоҳи «волтамперометрия» соли 1940 аз ҷониби И.М. Колтгофф пешниҳод қарда шуд. Олими чехиягӣ Я.Гейровский дар шаҳри Прага ба дунё омадааст. Шавқ ба илмҳои дақиқ дар ӯ аз давраҳои таҳсил дар гимназия пайдо гардид. Соли 1909 ӯ ба донишгоҳи Прага дохил шуда, соли 1910 таҳсилро дар коллеҷи назди донишгоҳ дар Лондон идома дод. Солҳои таҳсил Гейровский ба омӯзиши фанҳои дақиқ: математика, физика, химия завқӣ зиёда дошт. Таҳти роҳбарии олими шинохтаи физикохимик Ф.Доннан ӯ потенциали электроди алюминийро муайян қард. Шурӯъ аз он давраҳо электроди симобӣ-қатрагӣ дар таҳқиқотҳои ӯ қойи аввалинро мегирит. Соли 1918 Я.Гейровский рисолаашро аз рӯи ихтисоси электрохимия дар Донишгоҳи Прага ҳимоя намуда, дараҷаи доктори фалсафро сазовор гардид. Соли 1923 Я.Гейровский ҳамроҳ бо олими ҷопонии М.Шиката асбоби автоматикунонида ро сохтанд, ки он вобастагии қувваи қараёнро аз потенциал (полярограф) сабт меқард. Соли 1926 Я.Гейровский директори маркази таҳқиқотҳои полярографии донишгоҳи Прага таъин мегардад. Соли 1933 Я.Гейровскийро ба ИМА даъват мекунанд, ки дар он ҷо ӯ муддати 6 моҳ дар Донишгоҳҳои Калифорния ва Станфорд ба донишҷӯён лексия хонд. Соли 1950 Я.Гейровский ба ҳайси директори Институти полярография, ки дар он ҷо таҳқиқотҳои фундаменталии равандҳои электродӣ

гузаронида мешаванд, таъин гардид. Соли 1959 барои қорӣ кардан ва инкишофи усули полярография ба Я.Гейровский мукофоти Нобелӣ аз химия дода шуд.

Якчанд таснифоти усулҳои волтамперометрӣ маълум аст. Вобаста ба табиати электроди индикаторӣ усулҳои волтамперометриро ба усулҳои полярографӣ ва волтамперометрӣ ҷудо мекунад. Дар усули полярографӣ ба ҳайси электроди индикаторӣ «электродҳои ҷакишӣ» (дар полярографияи классикӣ – электроди «симобӣ-ҷакишӣ») истифода карда мешавад. Вобаста ба шароитҳои гузаронидани электролиз ҷор гурӯҳи асосии усулҳои волтамперометрӣ ҷудо карда мешавад. Ба гурӯҳи якум усулҳое дохил мешаванд, ки дар онҳо дар мавриди ба даст овардани волтампереграммаҳо аз нав барқароршавии шароитҳои аввалаи электролизи электроди индикаторӣ ба амал меояд (полярографияи классикӣ қувваи ҷараёни доимӣ, полярографияи нормалӣ импульсӣ ва ғ.).

Ба гурӯҳи дуюм усулҳо бо тағйирёбии босуръати ҳаттӣ ва ё ҳаттӣ-зинагии потенциал ҷудо мешаванд (усулҳои хроноволтамперометрӣ ва ё полярографияи осцилографӣ).

Ба гурӯҳи сеюм дохил мешаванд: усулҳои тартиби 1 – ум, полярографияи дифференсиалии импульсӣ. Дар усулҳои мазкур сигнали таъсиррасон ин худ потенциали тағйирёбандан назоратшавандаи ΔE , дорои амплитудани паст ва басомади додашуда мебошад, ба қимати E_n бо суръати суст тағйирёбанда гузошта мешавад.

Гурӯҳи чоруми усулҳоро усулҳои ғайриҳаттии қувваи ҷараёни тағйирёбандаи тартиби 2-юм ташкил медиҳанд (баландбасомад, модулятсионӣ, волтамперометрияи гуногунбасомад). Потенсиали назоратӣ дар ин гурӯҳи усулҳо аз як ва ё якчанд таркибҳои гармонӣ иборат буда, онҳо ба қимати суст тағйирёбандаи E_n гузошта мешаванд. Шакли сигнали ин гурӯҳи усулҳо ба ҳосилаҳои тартиби 2-юми мавҷи полярографӣ мувофиқ аст.

Вобаста аз шароитҳои ҷенкунии сигнали аналитикӣ усулҳои волтамперометрияро ба усулҳои потенциостатӣ (тағйирёбии назоратии потенциал) ва галваностатикӣ (тағйирёбии потенциали электрод ҳангоми тағйирёбии қувваи ҷараёни додашуда) ҷудо мекунад. Дар усулҳои замонавӣ одатан речаи потенциостатикӣ ҷенкуниҳо гирифта мешавад, ки он дорои характеристикаҳои муфиди метрологӣ ва истифодабарӣ мебошад.

4.2. Поляризатсияи электрод

Агар ба системаи электродҳо, ки дар маҳлул гузошта шудаанд, шиддат таъсир расонида шавад, пас дар занҷир қувваи ҷараён мегузарад. Дар ин маврид дар электродҳо реаксияҳои электрохимиявии оксидшавӣ дар анод ва барқароршавӣ дар катод мегузаранд. Ион ба реаксияи электрохимиявӣ танҳо дар он маврид дохил мешавад, агар потенциали мувофиқи оксиду-барқароршавӣ барқарор шавад, аммо ҳолатҳое ба назар мерасанд, ки реаксияи электрохимиявӣ бо вучуди он ҳам ба амал намеояд. Сабаби он механизми мураккаби электрохимиявӣ мебошад:

1. гузариши модда ба сатҳи болоии электрод;
2. доду гирифтӣ электрон (зинаи мазкур метавонад барқарданда ва барнабарданда бошад, мисол, реаксияи $Fe^{3+} + e = Fe^{2+}$ барқарданда буда, реаксияи $MnO_4^- + 8H^+ + 5e = Mn^{2+} + 4H_2O$ барнабарданда аст);
3. кӯчиши маҳсули реаксия, ки вобаста ба табиати ион ва маводи электрод дар худ чунин равандҳоро дорост:
 - а) гузариши модда аз сатҳи болоии электрод ба маҳлул;
 - б) ҳалшавии модда дар маводи электрод (дар ҳолати электроди симобӣ);
 - в) электрокристаллизатсия дар сатҳи болоии электрод;
 - г) ҷудошавии газ;
 - д) реаксияҳои химиявӣ бо ҳосилшавии маҳсули охирин.Суръати раванди электрумубаддалшавӣ бо зинаи сусти он муайян карда мешавад. Агар суръати яке аз зинаҳо ба сифр баробар

шавад, пас раванд намегузарад. Дар натиҷа, барои гузариши реаксияи электродӣ ба электрод муҳим аст, ки потенциалҳои иловагӣ гузошта шаванд.

Поляризация метавонад бо сабабҳои гуногуни раванди электродӣ ба вучуд ояд, вобаста ба он ду намуди поляризацияро ҷудо мекунанд: **кинетикӣ** ва **концентрационӣ**.

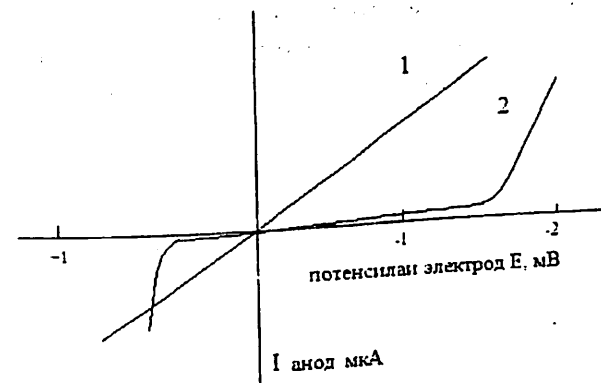
4.2.1. Поляризация кинетикӣ (қувваи ҷараёни активатсионии баландшиддат)

Поляризация кинетикӣ ин худ суммаи эффектҳои зинаҳои 2,3b,3c,3d ва 3e мебошад. Ин намуди поляризация аз маводи электрод вобаста аст: барои электродҳои аз графит, платина, сурб, рӯх ва бахусус симоб сохтасуда поляризацияи калон ҳос аст, барои электродҳои хлориднуқрагин, каломелӣ ва мисин раванди поляризация ҳос нест. Одатан поляризацияи кинетикӣ зимни паст кардани зичии қувваи ҷараён ва баланд бардоштани ҳарорат паст мешавад. Ин бузургӣ бо як қатор параметрҳои беназоратӣ муайян карда мешавад, аз ин лиҳоз онро бо дақиқият ҳисоб кардан ғайриимкон аст, аммо бо роҳи таҷрибавӣ метавон муайян кард.

Поляризация кинетикӣ ба қувваи ҷараёни тавассути ячейкаи электрохимиявӣ гузаранда таъсир мерасонад. Дар расми 14 вобастагҳои қувваи ҷараён аз шиддат барои ду системаҳои электродӣ, ки дар маҳлули электролити фон гузошта шудаанд, оварда шудааст. Барои системаи якум, ки аз электроди кори мисин ва электроди муқоисавии поляризациянашавандаи хлорнуқрагин таркиб ёфтааст, қувваи ҷараён бевосита аз шиддат вобаста буда, бо қонуни Ом ифода карда мешавад. Ин гуна системаи электродӣ барои таҳлили химиявӣ аҳамияти амалӣ надорад.

Дар системаи электроди дуюм ба ҳайси электроди корӣ электроди симобии поляризацияшаванда истифода карда мешавад. Дар расми 14 нишон дода шудааст, ки дар ҳудуди потенциалҳои +0,2 то -2,0 В қувваи ҷараён тавассути электродҳо намегузарад. Берун аз ин ҳудуд қувваи ҷараён ҳеле зуд баланд мешавад. Қувваи ҷараёни катодӣ дар ҳудуди потенциалҳои манфӣ бо барқароршавии

ионҳои гидроген алоқаманд аст. Дар ҳудуди потенциалҳои мусбат қувваи ҷараёни анодӣ ба ҳалшавии симоб дар натиҷаи реаксияи электрохимиявӣ алоқаманд аст.



Расми 14. Хarakterистикаҳои вольтамперометрии электродҳои поляризациянашавандаи мисин (1) ва поляризацияшавандаи симобӣ-қатрагӣ (2)

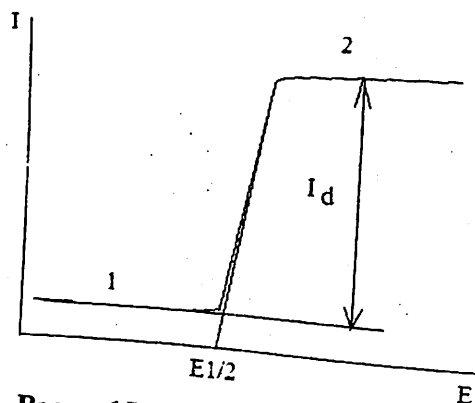
4.2.2. Поляризация концентрационӣ

Поляризация концентрационӣ дар он маврид ба вучуд меояд, ки поляризация кинетикӣ хурд аст, яъне зинаҳои маҳдудии раванд ин суръати гузариши модда аз амикии маҳлул ба қабати назди электродӣ ва ё аз он баровардани маҳсули реаксия мебошанд. Агар гузариши модда бо роҳи диффузия ба амал ояд, пас онд ба поляризацияи диффузионӣ сухан меравад. Ин намуди поляризация танҳо дар мавриди зичии зиёди қувваи ҷараён дар электрод ба назар мерасад. Тафовут ба поляризацияи кинетикӣ, дар поляризацияи концентрационӣ қувваи ҷараён ба сифр баробар нест, он дорои қимати муайян буда, аз потенциал вобастагӣ надорад. Ҳамин тариқ, ба электроди поляризацияшуда электроде дохил мешавад, ки барои он қувваи ҷараён аз потенциал вобаста нест.

4.3. Мохият ва хусусиятҳои вольтамперометрия

Чӣ тавре дар боло қайд карда будем, усулҳои вольтамперометрии ин маҷмӯи усулҳои электрохимиявӣ буда, ба омӯзиши қачхатаҳои вольтамперометрии $I=f(E)$, ки дар раванди электролизи дар электроди поляризатсияшаванда ба даст оварда мешаванд, асос карда шудаанд.

Ячейкаи электролитӣ аз электроди кории поляризатсияшавандаи дорои сатҳи болоии хурд ва электроди муқоисавии поляризатсиянашаванда таркиб ёфтааст. Ба ҳайси маводи электроди корӣ метавонанд моддаҳои истифода шаванд, ки дар маҳлулҳои обӣ ба онҳо раванди поляризатсия хос аст, мисол, графит, платина, тилло. Ба ҳайси электродҳои муқоисавӣ электродҳои поляризатсиянашаванда, мисол, электроди хлоринукрагин истифода карда мешавад. Ба ячейкаи электролитӣ шиддати ба таври мунтазам зиёдшударо аз манбаи беруна гузошта, қувваи ҷараёнро сабт мекунам. Агар дар маҳлули таҳлилшаванда ионҳои аз ҷиҳати электрохимиявӣ фаъол мавҷуд набоянд, пас вобастагии $I=f(E)$ ба амал меояд, ки шакли он дар расми 14 қачхатаи 2 оварда шудааст. Агар дар маҳлул моддаи аз ҷиҳати электрохимиявӣ фаъол вучуд дошта бошад, пас мавҷ ба назар мерасад (расми 15).

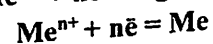
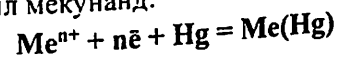


Расми 15. Вобастагии $I=f(E)$

Дар вобастагии расми 15 метавон 3 ҳудудро ҷудо кард:

1. Агар потенциали электроди корӣ аз потенциали ҷудошавии компоненти аз ҷиҳати электрохимиявӣ фаъол кам бошад, пас дар ин маврид поляризатсияи кинетикии электрод ба амал омада, дар он реаксияи электрохимиявӣ намегузарад. Қувваи ҷараёни хурд, ки аз ячейка мегузарад, бо ҳосилшавии қабати дучандаи электрикӣ дар сатҳи болоии электрод вобаста аст. Дар натиҷа зимни тағйирёбии потенциали электрод қувваи ҷараёни заряддоршудаи конденсатор ба амал меояд (қувваи ҷараёни конденсаторӣ, қувваи ҚДЭ). Ҳар қадаре, ки қувваи ҷараёни ҚДЭ зиёд бошад, ҳамон қадар ҳассоснокии усул паст аст.

2. Зимни барқарор шудани потенциали электрод, ки ба потенциали ҷудошавии компоненти аз ҷиҳати электрохимиявӣ фаъол баробар аст, деполяризатсияи электроди корӣ ба амал меояд. Ионҳо дар электроди корӣ безаряд мешаванд, ки дар натиҷа амалгамаҳо дар электроди симобӣ ё худ пленкаи металлӣ дар электродҳои саҳт ҳосил мекунам:



Тавассути электрод қувваи ҷараёни электролиз (ҷараёни Фарадей), ки худ ба шиддат мутаносиби роста аст, мегузарад. Дар натиҷаи реаксияи электрохимиявӣ концентратсияи ионҳо дар қабати назди электрод паст мешавад. Қўчиши модда аз ҳаҷми маҳлул ба сатҳи болоии электрод ба амал меояд. Дар ин маврид ҷараён паст аст (тақрибан 10-5А) ва ба концентратсияи ионҳо дар қабати маҳлул таъсир намерасонад.

3. Концентратсияи ионҳо дар сатҳи болоии электроди корӣ ба сифр баробар мешавад. Гузариши модда аз ҳаҷми маҳлул худ зинаи охири буда, дар ин лаҳза поляризатсияи концентратсионии электроди корӣ ба амал меояд. Гузариши модда аз ҳаҷми маҳлул аз ҳисоби якчанд омил ба амал меояд:

• гузариши конвексионии компоненти аз ҷиҳати электрохимиявӣ фаъол бо ҷараёни ҳалқунанда;

- *гузариши мигратсионӣ* ионҳо таҳти таъсири майдони чараён;
- *гузариши диффузионӣ* аз ҳисоби фарқи консентратсияи модда дар сатҳи болоии электрод ва дар ҳаҷми маҳлул.

Гузариши конвексионӣ зимни омехта кардани маҳлул ба вучуд меояд, аз ин лиҳоз, дар раванди таҳлил маҳлулро омехта намеkunанд. Хомӯшшавии чараёни мигратсионӣ зимни ворид намудани электролити индифферентии фон, ки дар реаксия иштирок намеkunад, ба амал меояд.

Потенциалҳои барқароршавӣ ва оксидшавии электролити мазкур, яъне фон берун аз ҳудудҳои потенциалҳои корӣ қарор доранд. Консентратсияи фон консентратсияи компоненти аз ҷиҳати электрохимиявӣ ғайро зиёд меkunад. Ионҳои электролити фонӣ электродро хоилонӣ (экранировать) карда, ҳамин тариқ, қувваи мигратсияи майдони электрикиро то расидан ба сифр паст меkunанд.

Дар ин шароитҳо гузариши модда танҳо аз ҳисоби диффузия ба амал меояд. Дар электрод ҳамаи ионҳои аз қарӣ маҳлул ба сатҳи электрод оянда безаряд мешаванд. Чараёни тавассути электрод гузашта танҳо аз суръати диффузия вобаста аст, ки он худ на аз шиддати электрод, балки аз консентратсияи маҳлул, коэффитсиенти диффузия, шакл ва андозаи электрод вобастагӣ дорад.

4.4. Ячейкаҳои электрохимиявӣ

Дар усули волтаперометрӣ ячейкаҳоеро истифода меkunанд, ки онҳо аз электродҳои поляризатсияшавандаи корӣ ва электроди муқовисавии поляризатсиянашаванда иборатанд. Талабот ба электроди корӣ:

- масоҳати электроди корӣ бояд начандон калон бошад;
- электрод бояд дар ҳудуди калони потенциалҳо поляризатсияшаванда бошад;

- хуб мешуд, агар сатҳи болоии электрод доимо таҷдидшаванда бошад.

Агар талаботи якум аз ҳисоби сохти электрод иҷро шавад, пас талаботи дуюм танҳо аз маводи электрод вобаста аст. Электроди симобӣ дар ҳудуди потенциалҳо аз +0,2 то -2,0В поляризатсияшаванда аст. Чараёни катодӣ дар ҳудуди потенциалҳои манфӣ бо барқароршавии ионҳои оксиген алоқамандӣ дорад. Дар ҳудуди потенциалҳои мусбат чараёни анодӣ бо ҳалшавии симоб дар натиҷаи реаксияи химиявӣ ба амал меояд. Қимати калони поляризатсия дар ҳудуди потенциалҳои манфӣ имконият медиҳад то аксар катионҳо бо ёрии электроди симобӣ муайян карда шаванд. Ва баръакс, дар ҳудуди потенциалҳои манфӣ имкониятҳои электроди симобӣ маҳдуданд.

Электродҳои аз металлҳои асил сохташуда (платина, тилло) ва графит дар ҳудуди қиматҳои потенциалҳо аз +1,3 то -1,0В поляризатсияшавандаанд. Чараёни катодӣ бо барқароршавии ионҳои гидроген ва чараёни анодӣ бошад, бо ҷудошавии оксиген алоқамандӣ доранд. Ин гуна электродҳо дар ҳудуди анодии потенциалҳо бартарихо доранд. Дар ҳудуди катодӣ истифодаи онҳо маҳдуд ва бемаврид аст.

Таҷдиди сатҳи болоии электрод зимни истифодаи электроди симобӣ иҷро мешавад. Электроди корӣ ин худ капилляр мебошад, ки тавассути он пайвасти симоб дохил шуда, дар намуди катраҳо ба зерӣ зарф мечакад.

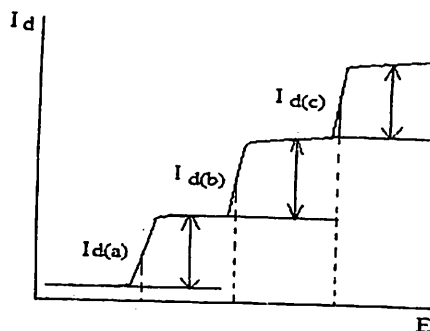
Электродҳои аз металлҳои асил сохташударо одатан ҷарҳзананда ва ё ларзишдиҳанда тайёр меkunанд. Зимни кори ин гуна электродҳо гузариши ионҳо на танҳо аз ҳисоби диффузия, балки аз ҳисоби конвексия ба амал меоянд, ки ин омил чараёни кори то 10-20 маротиба зиёд меkunанд.

4.5. Таҳлили сифатӣ дар усули волтамперометрӣ

Вобастагии миёни шиддати гузошташуда ва қувваи ҷараён дар дилҳох нуктаи мавҷ бо муодилаи Гейровский-Илкович ифода карда мешавад:

$$E = E_{1/2} + \frac{0,059}{n} \lg \frac{I_d - I}{I};$$

дар ин ифода E ва I потенциал ва қувваи ҷараён дар дилҳох нуктаи мавҷ; n – шумораи электронҳо; I_d – ҷараёни ҳадди диффузионӣ; $E_{1/2}$ – потенциали ниммавҷӣ мебошад.



Расми 16. Полярограмма омехтан се ионҳои барқароршаванда дар маҳлул

Потенсиали ниммавҷӣ аз қимати ҷараёни диффузионӣ вобаста нест ва характеристикаи сифатии ион мебошад. Агар дар маҳлул якчанд ионҳо маҷуд бошанд, ки потенциали ниммавҷии онҳо зиёда аз 100мВ фарқ кунад, пас дар полярограмма якчанд мавҷҳо пайдо мегарданд (расми 26). Қимати потенциали ниммавҷӣ одатан аз потенциали нормалии оксиду-барқароршавӣ бо сабаби якчанд омилҳо фарқ мекунад:

- поляризатсияи кинетикии электрод;
- таъсири ходисаҳои адсорбсионӣ;
- таъсири реаксияҳои комплексҳосилшавӣ ва таҳшинҳосилшавӣ.

Қиматҳои потенциалҳои ниммавҷии ионҳои гуногун дар маҳлулҳои фонҳои мухталиф ва дар мавриди истифодаи

электродҳои гуногун дар адабиётҳо оварда шудаанд. Ҳамин тарик, аз рӯи қимати $E_{1/2}$ метавон таҳлили сифатии таркиби маҳлул гузаронида шавад.

Ҷадвали 7

Қиматҳои потенциалҳои ниммавҷӣ барои аксар катионҳо

Катион	$E_{1/2}$	Фон
Bi^{3+}	-0,32	маҳлули буферии атсетатӣ pH 4,6
Cd^{2+}	-0,79	6M HCl
	-0,60	0,1M HCl
	-0,58	0,1M KNO_3
Cu^{2+}	-0,38	1M $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$, pH 12
	0,00	0,5M H_2SO_4 ; 0,01%
Fe^{2+}	-1,37	1M HClO_4
	-0,01	маҳлули буферии атсетатӣ pH 5,0
Ni^{2+}	-1,1	1M KCl, HClO_4 (pH 0-2)
Pb^{2+}	-0,43	1M KCl
	-0,38	0,1M NaNO_3
Sn^{2+}	-0,46	1M H_2SO_4
Zn^{2+}	-1,49	1M NaOH
	-1,33	1M NH_3
	-1,12	0,1 M KNO_3
	-1,02	1M KCl

4.6. Таҳлили миқдорӣ дар усули волтамперометрӣ

Характеристикаи миқдории полярограмма ин худ қимати ҷараёни диффузионии ҳаддӣ мебошад, ки он на танҳо аз консентратсияи ион, балки аз сохти электроди қорӣ низ вобаста аст. Барои электроди симобии қатрагӣ қимати ҷараёни диффузионии ҳаддӣ бо консентратсия бо муодилаи Илкович алоқаманд аст:

$$E_d = 605zD^{1/2}m^{2/3}t^{1/6}C;$$

дар ин ҷо: I_d — қараёни диффузионӣ;

z — заряди ион;

D — коэффитсиенти диффузионӣ;

m — массаи симоб, ки аз капилляр дар 1 сония мечакад;

t — вақти ҳосилшавии қатра;

C — консентратсияи ион дар маҳлул.

Аксар параметрҳои муодилаи мазкур аз хосиятҳои электроди корӣ вобаста буда, дар рафти таҳлил тағйир намеёбанд. Аз ин лиҳоз, онҳоро ба собита муттаҳид мекунам. Дар ин ҳолат муодила шакли зеринро мегирад:

$$I = k \cdot C$$

Миёни қиматҳои, ки дар собитаи k дохиланд, ба таври эксперименталӣ муайян кардани коэффитсиенти диффузионӣ D душвор аст. Аз ин сабаб, коэффитсиенти мутаносибро миёни консентратсияи модда ва қувваи қараёни диффузионӣ бо ёрии маҳлулҳои стандартӣ муайян мекунам. Дар усули волтаперометрӣ ҳамаи усулҳои муайякунии консентратсияи моддаи таҳлилшаванда истифода карда мешаванд:

- усули графикаи ченакдор;
- усули маҳлулҳои стандартӣ;
- усулҳои иловакунии.

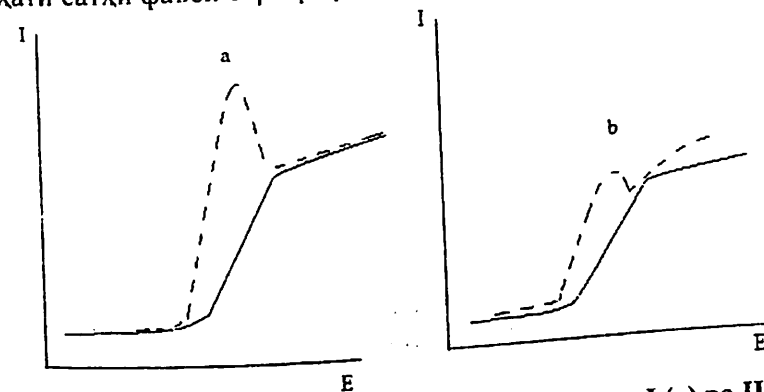
4.7. Ҳодисаҳои, ки намуни полярограммаҳоро таҳриф мекунам.

Дар полярограммаҳо аксар вақт максимумҳо пайдо мегарданд, ки ба гузаронидани таҳлил мушкилиҳо меоранд. Табиати ин максимумҳо гуногун буда, аз сохт ва маводи электрод вобаста аст. Зимни истифода кардани электродҳои симобӣ-қатрагӣ (расми 17) чунин максимумҳо пайдо мегарданд:

- **максимумҳои ҷинси I** аз ҳисоби нобаробар тақсимшавии заряд дар сатҳи болоии симоб пайдо мегарданд;

- **максимумҳои ҷинси II** аз ҳисоби омехта шудани маҳлул бо қатраҳои симоб пайдо мешаванд.

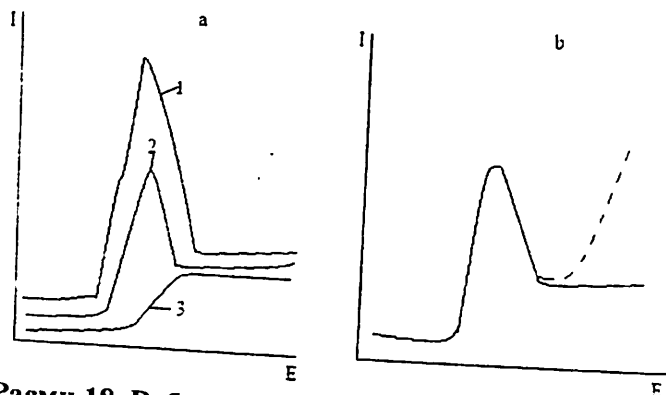
Ин максимумҳои полярографӣ зимни ворид кардани моддаҳои аз ҷиҳати сатҳӣ фаъол бартарарф карда мешаванд.



Расми 17. Максимумҳои полярографии ҷинси I (a) ва II (b) (хатҳои қаторинокта)

Зимни кор бо электродҳои саҳт (расми 18) чунин максимумҳо ба назар мерасанд:

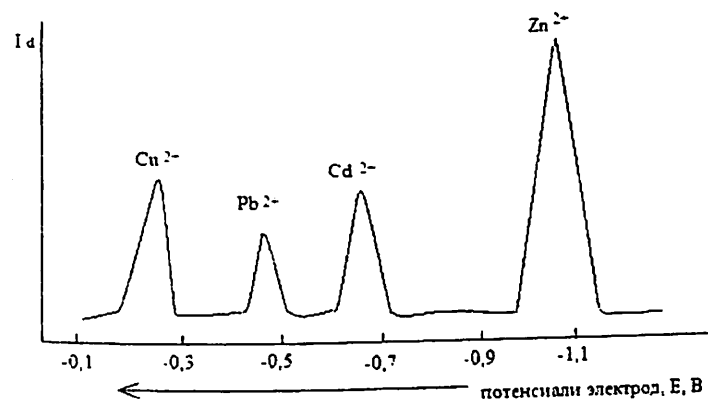
- **Максимумҳои ҷинси III** — аз ҳисоби суръати баланди гузориши потенциал. Ин максимумҳо дар мавриди интиҳоби шароитҳои оптималии сабти полярограммаҳо бартарарф карда мешаванд.
- **Максимумҳои ҷинси IV** бо таҳшиншавии модда дар электрода алоқаманданд. Онҳо бартарарф карда намешаванд. Электродҳои саҳт баъд аз сабти ҳар як мавҷ бояд тоза карда шаванд.



Расми 18. Вобасатгии максимуми чинси III аз суръати гузоштани потенциал (а) ва максимуми чинси IV

4.8. Волтамперометрияи инверсионӣ

Волтамперометрияи инверсионӣ имконият медиҳад, то хассоснокии усул баланд карда шавад. Моҳияти усули волтамперометрияи инверсионӣ дар ҷудокунии элементи муайяншаванда аз маҳлули серобкардаи он дар сатҳи болоии катраи симоб, электроди графитӣ зимни гузаронидани раванди электролиз ва бо ҳалшавии анодии маҳсулоти ҳосилшуда асос карда шудааст. Раванди ҷамъшавӣ дар электрод дар мавриди потенциали ба ҷараёни ҳаддӣ мувофиқ мегузарад. Вобастагии қувваи ҷараён аз шиддат ҳангоми ҳалшавии анод дорои қуллай характернок (расми 19) мебошад, ки баландии он ба консентратсияи иони таҳлилшаванда баробар аст, потенциали максимум бошад, бо табиати ион алоқаманд аст. Дар тафовут бо дигар усулҳои полярографӣ дар усули волтамперометрияи инверсионӣ ҳудуди муайянкунӣ моддаҳо 2-3 тартиб пасттар аст. Ҳар қадаре ки давомнокии электролизи ҷамъшавӣ зиёд бошад, ҳамон қадар миқдори зиёди металл аз маҳлул ба электрод гузашта ва ҳамон қадар хассоснокии усул зиёд мешавад.



Расми 19. Муайян кардани чор металл бо усули волтамперометрияи инверсионӣ

Якчанд усулҳои дар болои электрод консентронидани элементҳои таҳлилшаванда мавҷуд аст:

- консентронидани пайваستҳои камҳалшаванда;
- консентронидани абсорбсионӣ (пайвастҳои комплекси металлҳо бо лигандҳои органикӣ ва ғайриорганикӣ).

Дар замонҳои ҳозира волтамперометрияи инверсионӣ яке аз усулҳои муҳим барои муайян кардани пайвастҳои органикӣ ва ғайриорганикӣ дар маҳлулҳо инчунин барои таҳлили маводҳои саҳт ба ҳисоб меравад. Усули волтамперометрияи таҳлил аз дигар усулҳо бо бартарии зерин фарқ мекунад:

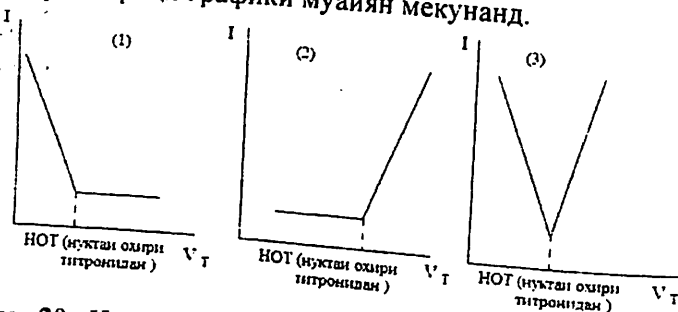
- имконияти муайян кардани шумораи зиёди элементҳои химиявӣ ва аксар моддаҳои органикӣ (зиёда аз 40 элементҳо);
- ҳудуди пасти муайянкунӣ (барои баъзе элементҳо ба мисоли Cd, Bi, Tl, Pb, Sb) ва пайвастҳои органикӣ 10^{-9} - 10^{-10} мол/л – ро таъкил медиҳад;
- селективнокии баланд ва характеристикаи хуби метрологӣ;
- имконияти барномасозӣ дар компютер ва автоматикунии таҳлилҳои аналитикӣ;
- арзон будани асбобҳо барои таҳлили волтамперометрӣ ва оддӣ будани кори онҳо.

БОБИ V. ТИТРКУНИИ АМПЕРОМЕТРӢ

5.1. Асосҳои назариявии усули титронидани амперометрӣ

Титронидани волтамперометрӣ – ин усули титриметрӣ буда, дар он нуктаи эквивалентӣ бо роҳи волтамперометрӣ муайян карда мешавад. Ба ҳайси электродҳои индикаторӣ электродҳои статсионарӣ ва ё платинагии чархзананда, ё худ электродҳои графитӣ истифода карда мешаванд. Электроди симобӣ дар ин усул кам истифода карда мешавад, зеро оксигени ҳалшуда ба муайянкунӣ ҳалал мерасонад ва онро бояд нест кард. Мисол, усули титркунии амперометрии никел (II) бо маҳлули диметилглиоксим маълум аст. Дар ин ҳолат дар электроди симобӣ-қатрагӣ ҳам ионҳои никел ($E_{1/2} = -1,2\text{В}$) ва ҳам диметилглиоксим ($E_{1/2} = -1,55\text{В}$) барқарор мешаванд. Вобаста ба потенциали интиҳобшуда қачхатаҳои титронидани амперометрӣ шаклҳои гуногун доранд.

Ба ҳайси электродҳои муқоисавӣ электродҳои каломелӣ ва хлорнукрагин истифода карда мешаванд. Ба ҳайси маҳлулҳои фон электролитҳои аз ҷиҳати электрохимиявӣ нофаъол истифода карда мешаванд. Зимни гузаронидани титркунии амперометрӣ тағйирёбии қувваи ҷараён ҳангоми илова кардани маҳлули титрант ба назар мерасад. Титркуниро дар ҳудуди потенциали ба потенциали ҷараёни ҳаддӣ баробар мегузаронанд. Қачхатаи титронидани амперометрӣ дар координатаҳои қувваи ҷараён – ҳаҷми маҳлули титрант сохта мешавад. Нуктаи охирини титрониданро бо роҳи графикӣ муайян мекунанд.



Расми 20. Навъҳои қачхатаҳои титркунии амперометрӣ: 1 – моддаи муайяншаванда фаъол; 2 – маҳлули титрант фаъол; 3 – маҳсули реаксия фаъол

Дар титронидани амперометрӣ реаксияҳои таҳшинҳосилшавӣ, комплексҳосилшавӣ ва оксиду-барқароршавӣ истифода карда мешаванд. Дар мавриде, ки маҳлули титрант, маҳсули реаксия ва моддаи таҳлилшаванда аз ҷиҳати электрохимиявӣ нофаъол бошанд, пас индикатори амперометрӣ истифода карда мешавад. Ба ҳайси индикатори амперометрӣ моддаҳои истифода мекунанд, ки дар электрод баъд аз ба реаксия дохил шудани моддаи муайяншаванда барқарор ва ё оксид мешаванд. Аз ин лиҳоз, ҷараёни диффузионӣ зимни титр кардани моддаи таҳлилшаванда доимӣ буда, баъд аз расидан ба нуктаи эквивалентӣ паст мешавад.

Зимни муайян кардани барқароркунандаҳо бо усули титронидани амперометрӣ ба ҳайси маҳлули титрант дихромати калий, намакҳои серий (IV), йод истифода карда мешаванд. Титрантҳо-барқароркунандаҳо (сулфати оҳан (II), кислотаи аскорбинат, тиосулфати натрий) зимни муайян кардани оксидкунандаҳо истифода карда мешаванд.

Дар реаксияҳои комплексҳосилшавӣ дар титронидани амперометрӣ асосан реаксияҳои ҳосилшавии пайваستҳои комплекси эддини элементҳои гуногун истифода карда мешаванд. Мисол, ионҳои висмут (III) – ро бо эдати натрий дар маҳлули турш ($\text{pH } 1-2$), ионҳои рӯхро – дар маҳлули турши заиф ($\text{pH } 4,5-5,0$) муайян мекунанд.

Дар реаксияҳои таҳшинҳосилшавӣ ба ҳайси маҳлули титрант барои муайян кардани ионҳои барий - хромати калий, намакҳои сурб – барои муайян кардани ионҳои галогенидӣ, сульфат- ва молибдат – ионҳо истифода карда мешаванд. Эҳтимоли гузаронидани титронидани амперометрии ду ва ё зиёда ионҳо дар маҳлул мавҷуд аст, агар ҳосили зарби ҳалшавандагии моддаҳои ионҳои таҳлилшаванда бо титрант куллан фарқ кунанд.

Усули титронидани амперометрӣ дорои хассоснокии баланд (то 10^{-6} мол/л), дақиқияти баланд (то $\pm 0,1\%$), селективнок мебошад. Имконияти таҳлили маҳлулҳои тирашакл, ранга ва автоматикунонин таҳлил мавҷуд аст.

Кори лаборатории № 11

Муайян кардани концентратсияи ионҳои мис, сурб, кадмий ва рух дар обҳои нӯшокӣ, табиӣ ва чоришаванда

Усули ченкунӣ

Ченкунӣ бо усули волтамперометрияи инверсионӣ иҷро карда мешавад. Ин усул ба концентронидани электрохимиявии компонентҳои муайяншаванда дар сатҳи электроди корӣ дар намуди амалгама ҳангоми потенциали диффузионӣ ҳаддӣ чараён (-1,4В) бо минбаъд сабт намудани қимати максималии чараёни анодии ҳалшавандаи элементҳои гуногун асос карда шудааст. Сабт намудан бо истифодаи волтамперометрияи чараёнтағйирёбанда бо модулятсияи квадратмавҷӣ дар ҳудуди потенциали аз -1,4 то +0,1В гузаронида мешавад.

Баландии кулла дар волтампереграмма ба концентратсияи массавии металлҳо дар маҳлул мутаносиби роста мебошад. Қимати потенциали кулла тавсифи сифатии металлҳо ба ҳисоб меравад.

Тайёр намудани намуна барои таҳлил

Барои таҳлил се намунаи параллелӣ-ду маҳлули корӣ ва як маҳлули эҳтиётӣ гирифта мешавад. Намунаҳо бо кислотаи концентронидани нитрат бо ҳисоби 5мл дар 1 л оби таҳлилшаванда туршонида мешаванд.

Намунаҳои обие, ки бо кислота туршонида нашудаанд, бояд нурҳои офтоб ба онҳо таъсир нарасонад ва дар зарфҳои химиявии инертӣ муддати на зиёда аз 48 соат нигоҳ дошта шаванд.

Таҳлили обҳои нӯшокӣ ва табиӣ

Тарзи якум

Намуна бо диққат омехта карда шуда, бо пипеткаи ченакдор 25 мл намунаи обии корири гирифта, ба зарфи

бугронкунанда гузошта, 2 мл маҳлули кислотаи нитрат (1:1) илова мекунамд ва дар электроплитка то ҳосилшавии намаки намдор суст гарм мекунамд. Коркард бо кислота ду маротиба то равшаншавии ранги боқимонда такрор карда мешавад.

Агар боқимонда беранг нашавад, намуна то хушк шуданаш бухор карда мешавад ва дар печи муфелӣ дар ҳарорати 500°C муддати 20 дақиқа гарм карда мешавад.

Ба боқимондан ҳосилшуда 1мл кислотаи нитрати 1М, 1мл пероксиди гидрогени концентронидани илова намуда, то хушкшавӣ бугронӣ мекунамд. Баъд аз хунукшавии боқимонда онро дар 15мл маҳлули сероби манзар (разбавленный фоновый раствор) ҳал мекунамд ва дар ҳолати зарурӣ бо маҳлули 1М кислотаи хлорид то қимати pH=2 шудан метуршонанд. Баъдан маҳлули ҳосилшударо ба воситаи қоғази филтрии беҳокистар филтр мекунамд. Филтратро ба колбаи ченакдори 25мл гузошта, то ченакаш бо маҳлули сероби манзар пур мекунамд. Ҳамаи маҳлули ҳосилшударо ба ячейкаи электрохимиявӣ мегузаронанд.

Тарзи дуюм

Намунаро нағз омехта намуда, бо ёрии пипеткаи ченакдор 20мл ҳаҷми корири намунаи таҳлилшавандаро гирифта, ба найчашишани кварсӣ (кварцевая пробирка) рехта, ба он 0,2мл маҳлули 1М кислотаи гидрогенхлорид ва 0,1мл маҳлули концентронидани пероксиди гидроген илова мекунамд. Найчашишани кварсиро ба камераи фотолизкунанда гузошта, муддати 60 дақиқа шӯёдиҳӣ мекунамд. Баъд аз пурра хунук шудани намуна онро бо ёрии қоғази филтрии беҳокистар филтр намуда, ба колбаи ченакдори ҳаҷмаш 25мл гузаронида, то ченакаш бо оби дистиллиат пур мекунамд. Ҳамаи маҳлули ҳосилшударо ба ячейкаи электрохимиявӣ мегузаронанд.

Тарзи сеюм

Ба истакони фторопластӣ 50,0мл намуна гирифта, 4мл кислотаи 70%-и нитрат ва 1мл маҳлули 30%-и пероксиди гидроген илова мекунанд.

Диққат! Ҳангоми нагирифтани массаи тавсияшудаи намуна ва ҳаҷми реагент ё ба попура таҷзияшавӣ ва ё ба сурӯшавии мембранаи муҳофизаткунанда ва талафоти намуна оварда мерасонад.

Намунаро ба автоклав гирифта, ба системаи микроавҷӣ мегузоранд ва барномаи таҷзияшавиро аз равзанаи асбоб сар медеҳанд.

Баъд аз пурра хунук шудани асбоб автоклавро кушода, маҳлуло ба зарфи бугроникунанда гузаронида, дар ҳарорати паст дар электроплитка то ҳосилшавии намаки намдор бугронӣ мекунанд.

Баъд аз хунукшавии боқимонда онро дар 15мл маҳлули сероби манзар (разбавленный фоновый раствор) ҳал мекунанд ва дар ҳолати зарурӣ бо маҳлули 1М кислотаи хлорид то кимати $pH=2$ шудан метуршонанд. Баъдан маҳлули ҳосилшударо ба воситаи қоғази филтрии беҳокистар филтр мекунанд. Филтратро ба колбай ченакдори 25мл гузошта, то ченакаш бо маҳлули сероби манзар пур мекунанд. Ҳамаи маҳлули ҳосилшударо ба ячейкаи электрорхимиявӣ мегузаронанд.

Методикаи тайёр намудани маҳлулҳо

Маҳлули манзар (фоновый раствор)

Маҳлули сери хлориди калий

Дар 450мл оби бидистиллиат 175г хлориди калийро ҳал намуда, муддати 3-5дақиқа мечӯшонанд. Маҳлули гармро филтр намуда, то ҳарорати хона хунук мекунанд ва бо миқдори на он қадар зиёди кристаллҳои ин намак нигоҳ медоранд.

Маҳлули 1М кислотаи гидрогенхлорид

82,6мл кислотаи концентронидаи гидрогенхлоридро ба колбай ченакдори 1л гирифта, то ченакаш бо оби бидистиллиат пур намуда, омехта мекунанд.

Маҳлули 0,01М нитрати симоб

0,343г нитрати симобро бар кашида, ба колбай ғунҷошаш 100мл андохта, бо якчанд қатра кислотаи концентронидаи нитрат ҳал мекунанд ва то ченакаш бо оби бидистиллиат пур намуда, омехта мекунанд.

Маҳлули концентронидаи манзар

Дар колбаи ченакдори ҳаҷмаш 200мл -100мл маҳлули сери хлориди калий, 20мл маҳлули 1М HCl ва 20мл оби бидистиллиат илова намуда, омехта мекунанд. Баъд аз омехтакунии боз 5мл маҳлули 0,01М нитрати симоб илова намуда, то ченакаш бо оби бидистиллиат пур мекунанд ва боз омехта мекунанд.

Маҳлули сероби манзар

200мл маҳлули концентронидаи манзарро ба колбаи ченакдори ҳаҷмаш 1000мл гирифта, то ченакаш бо оби бидистиллиат пур мекунанд ва омехта мекунанд.

Тайёр намудани маҳлули металлҳо аз намунаҳои стандартии давлатӣ (ГСО)

Қисми берунии ампулаи намунаи стандартиро бо оби бидистиллиат шуста, бо қоғази филтрии хушк мекунанд. Ампуларо кушода, маҳлули дохили онро ба истакони химиявии тоза мерезанд.

Ба пипеткаи хушкӣ тоза ҳаҷми лозимаи намунаи стандартиро (ҷадвали 1) гирифта, ба колбаи ченакдори мувофиқ рехта, то ченакаш бо маҳлули 0,1М HCl ё HNO_3 пур намуда, нағз омехта мекунанд. Ҳаҷми намунаи стандартӣ ва колбаҳои ченакдор дар ҷадвал оварда шудааст:

Консентратсияи массавии маҳлулҳои тайёршаванда C, мг/л	Консентратсияи массавии маҳлулҳои стандартӣ мг/л	Ҳаҷми интиҳобшавандаи намунаи стандартӣ V, мл	Ҳаҷми қолбаи ченақдор, ки барои тайёр намудани маҳлул истифода мешавад
50,0	1,0	5,0	100,0
10,0	0,1	5,0	50,0
10,0	0,05	10,0	50,0
5,0	0,1	2,5	50,0
5,0	0,05	2,5	25,0
1,0	0,01	5,0	50,0

Маҳлули 1,0г/л галлий

а) 0,1г галлии металлиро бар кашида, хангоми гармкунӣ дар 20мл маҳлули сероби кислотаи гидрогенхлорид(1:1) ҳал мекунанд. Ҳалшавӣ хеле охиста мегузарад. Маҳлули ҳосилшударо ба қолбаи ченақдори 100мл гузаронида, то ченакаш бо оби бидистиллиат пур намуда, омехта мекунанд.

б) 0,143г нитрати галлий (III)-ро бар кашида, дар 10мл маҳлули сероби кислотаи натрат (1:10) ҳал мекунанд. Маҳлули ҳосилшударо ба қолбаи ченақдори ҳаҷмаш 25мл гузаронида, то ченакаш бо ҳамон маҳлули кислотаи сероби нитрат пур мекунанд.

Маҳлули 0,04г/л галлий (III)

Дар қолбаи гунҷоишаш 100мл бо ёрии пипеткаи ченақдор 4 мл маҳлули 1,00г/л галлийро гирифта, то ченакаш бо оби бидистиллиат пур намуда, омехта мекунанд.

Маҳлули 1М атсетати натрий

13,6г атсетати натрийро бар кашида, онро дар як миқдор оби бидистиллиат ҳал мекунанд. Маҳлули ҳосилшударо ба қолбаи ченақдори гунҷоишаш 100мл гузаронида, то ченакаш бо оби бидистиллиат пур мекунанд.

Иловаҳо ба методикаи ченкунии консентратсияи ионҳои мис, сурб, кадмий ва руҳ дар полярографи АВС 1.1

Ҳангоми ҳалал расонидани миқдори зиёди ионҳои мис ба муайянкунии руҳ экстраксияи ионҳои мис бояд гузаронида шавад. Экстраксия дар муҳити кислотагӣ ҳангоми pH=2 будан бо маҳлули дитизон дар қорхлориди қарбон гузаронида мешавад.

30 мл маҳлули таҳлилшавандаро дар қифи ҷудокунак гирифта, ба он 0,25мл маҳлули 1М HCl ва 5мл маҳлули 0,0015% дитизон дар қорхлориди қарбон илова мекунанд. Баъдан ҷаззи обии ҳосилшударо ҷудо намуда, барои муайян намудани ионҳои руҳ истифода мекунанд.

Қорқарди намуна баъд аз экстраксия

Тарзи 1

25мл ҷаззи обии баъд аз экстраксия ҷудошударо ба зарфи бугроникунанда гирифта, 2мл маҳлули кислотаи нитрат (1:1) илова намуда, дар электроплитка то ҳосилшавии намаки намдор бугронӣ мекунанд. Қорқарди кислотагӣ ду маротиба то равшаншавии ранги он иҷро қарда мешавад. Агар ранги боқимонда равшан нашавад, намунаро то намаки хушк бугронӣ мекунанд ва дар печи муфелӣ то ҳарорати 500°C муддати 20 дақиқа мегудозанд. Ба боқимондан ҳосилшуда 1мл маҳлули 1М кислотаи гидрогенхлорид ва 3мл маҳлули консентронидаи пероксиди гидроген илова намуда, то хушк шуданаш бугронӣ мекунанд.

Баъд аз хунок шудани боқимондаи ҳосилшуда онро дар 25мл маҳлули сероби манзар ҳал намуда, ба яҷейкаи шишақарбонӣ (стеклоуглеродная яҷейка) мегузaronанд.

Тарзи 2

20мл ҷаззи обии баъд аз экстраксия ҷудошударо ба пробиркаи кварсӣ гирифта, ба он 0,2мл маҳлули консентронидаи пероксиди гидроген илова мекунанд. Пробирқаро ба камераи фотолизкунанда гузошта, муддати 60-90 дақиқа шуъодихӣ мекунанд. Баъд аз пурра хунок шудани

намуна онро аз пробирка ба ячейкаи шишакарбонӣ гузаронида, 5мл махлули консентронидаи манзар илова мекунанд.

Методикаи тайёр намудани махлули дитизон

0,0024г дитизонро ба колбаи ченакдори 100мл гирифта, дар як микдори чорхлориди карбон ҳал мекунанд ва то ченаки колба бо чорхлорди карбон пур намуда, омехта мекунанд.

Гузаронидани таҳлил дар асбоби волтамперометри инверсионии АВС 1.1

Аввал асбобро ба кор омода намуда, ба ячейкаи электрохимиявӣ 25мл махлуле, ки қаблан барои таҳлил омода карда шудааст, мегиранд. Аз равшанаи компютер барномаи АВС 1.1-ро кушода, тугмачаи «методика»-ро интихоб мекунанд. Аз қисми болои зерравзана банди «4 элемента»-ро интихоб намуда, тугмачаи «старт»-ро зер мекунанд. Дар натиҷа коркарди сикли ченкунӣ ба таври автоматӣ сар мешавад. Хангоми ба охир расидани ченкунӣ дар равшанаи графикӣ волтамперограма тасвир карда мешавад.

Ба воситаи микропипетка ба ячейкаи электрохимиявӣ микдори лозимаи махлулҳои стандартӣ металлҳоро илова намуда, тугмачаи «старт»-ро боз пахш мекунанд. Дар натиҷа волтамперограмма бо зиёдшавии қуллаи элементӣ муайяншаванда ҳосил мешавад. Баъд аз равшанаи барнома тугмачаи [Ҳисобкунии консентратсия...]ро ёфта, қиматҳои консентратсия ва ҳаҷми махлули стандартӣ иловашударо дохил намуда, консентратсияи элементро дар намуна ҳисоб мекунанд.

Махлули стандартӣ бояд ҳамон микдоре илова карда шавад, ки баландии қулла аз 1,5 то 2,5 маротиба зиёд шавад. Бояд қайд намуд, ки хангоми гузаронидани таҳлил консентратсияи металлҳо дар намунаи таҳлилшаванда пас аз илова намудани махлули стандартӣ аз ҳудуди хатии вобастагии сигнали аналитикӣ-консентратсия зиёд нашавад. Дар мавриди баръакс намунаро пеш аз таҳлил бо оби бидистиллят сероб

намудан лозим аст. Каратнокии серобкунии имконпазир ≤ 50 мебошад.

Хангоми гузаронидани таҳлил аниқ карда шавад, ки ионҳои мис дар намунаи таҳлилшаванда мавҷуд нест ва ё нисбати баландии қуллаҳои $\text{Cu/Zn} < 0,1$ -ро ташкил медиҳад. Дар ин маврид муайянкунии руҳ дар ҳамон қисми намуна иҷро карда мешавад. Дар дигар маврид тасири ҳалалрасонии мис хангоми муайянкунии руҳ бо яке аз ин роҳҳо бартараф карда мешавад:

а) бо роҳи экстраксия намудани ионҳои мис аз намунаи таҳлилшаванда бо истифода аз дитизон;

б) бо роҳи илова намудани иони галлий (III) ба намунаи таҳлилшаванда.

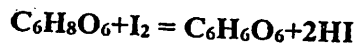
Барои иҷро намудани таҳлил аз рӯи банди б) як қисми намунаи таҳлилшавандаро истифода мебаранд. Барои ин ба 25 мл намунаи қаблан тайёркардашуда (махлули намуна бо манзар) 1мл махлули 1М атсетати натрий илова мекунанд. Қимати рН-и махлул дар ячейка $5,0 \pm 0,5$ -ро бояд ташкил диҳад. Ҳаҷми умумии махлул 26мл-ро ташкил медиҳад. Баъд ба намуна махлули хлорид ва ё нитрати галлий (III)-ро бо ҳамон микдоре илова мекунанд, ки консентратсияи ионҳои галлий (III) аз консентратсияи ионҳои мис тақрибан 5 маротиба зиёд шавад. Дар натиҷа қуллаи руҳ баланд шуда, қуллаи мис паст мешавад. Муайянкунии руҳ мувофиқи методикаи дар боло дарҷгардида иҷро карда мешавад. Пас аз анҷоми кор электродҳоро бо оби бидистиллят шуста, қисми сатҳи кории онро дар спирти этил нигоҳ доштан лозим аст.

Кори лаборатории №12

Муайян кардани кислотаи аскорбинат дар афшӯраҳо ва шарбатҳо

Кислотаи аскорбинат (Витамини С) дар афшӯраҳои мева мавҷуд аст, онро ҳамчун моддаи зидди оксидонӣ ва барои тайёркунии

афшӯраҳо илова мекунанд. Муайянкунӣ ба хосиятҳои барқароркунии кислотаи аскорбинат асос карда шудааст. Зимни бо ҳамтаъсиркунӣ бо йод кислотаи аскорбинат то кислотаи дегидро-аскорбинат оксид мешавад:



Концентратсияи баланди Витамини С дар афшӯраҳои меваҳо ба боҳамтаъсиркунии йод бо дигар барқароркунадаҳо монеа мешавад. Микдори начандон зиёди крахмал ба муайянкунӣ халал намерасонад.

Кислотаи аскорбинатро бо усули титркунии амперометрӣ муайян мекунанд: ба намунаи таҳлилшаванда микдори барзиёди йод илова мекунанд, микдори боқимондаи йодро, ки ба реаксия дохил нашудааст бо маҳлули тиосульфати натрий титр мекунанд.

Мақсади кор: аз худ кардани малакаи титркунии баръакси амперометрӣ ва муайян кардани микдори кислотаи аскорбинат дар нӯшокаҳо ва шарбатҳо.

Асбобҳо, зарфҳо ва реактивҳо

Таҷҳизот барои титркунии амперометрӣ

Истакони химиявӣ ғунҷоишаш 50 мл

Пипеткаҳои ченакдор ғунҷоишашон 2 ва 50 мл

Силиндри ченакдор ғунҷоишаш 10 мл

Маҳлули йод концентратсияш $C(1/2I_2) = 0,02$ мол/л

Маҳлули кислотаи сульфат, $C(1/1 H_2SO_4) = 2,0$ мол/л

Маҳлули тиосульфати натрий, $C(1/1 Na_2S_2O_3) = 0,02$ мол/л

Иҷрои кор

Таҳлил. Ба истакони химиявӣ бо ёрии пипетка 20,00 мл шарбат ва ё афшӯра гирифта, ба болои он бо ёрии силиндр 4,0 мл маҳлули кислотаи сульфат ва 2,00 мл маҳлули йод мерезанд. Болои стаконро бо ёрии шиша пӯшида, дар ҷойи торик муддати 5 дақиқа нигоҳ медоранд. Дар муддати вақти нигоҳдорӣ кислотаи аскорбинат

оксид шуда, микдори барзиёди йод бо маҳлули тиосульфати натрий титр карда мешавад.

Бюреткаро бо маҳлули стандартии тиосульфати натрий пур мекунанд. Маҳлули таҳлилшавандаро ба ячейкаи титронидан гирифта, ба дохили он электродҳоро гузошта, омехткунаки матнитиро васл мекунанд. Маҳлули титрантро ба болои маҳлули таҳлилшаванда бо вояи начандон зиёд илова мекунанд (0,2 мл). Аз рӯи шкалаи амперметр кимати қувваи ҷараёни диффузионӣ чен карда мешавад. Титркуниро то доимӣ шудани кимати қувваи ҷараёни диффузионӣ идома медиҳанд. Натиҷаҳои ченкуниро дар ҷадвал пур мекунанд.

Рақами таҷриба	Ҳаҷми маҳлули титрант, мл	Қувваи ҷараён I, мкА

Қаҷхатаи титрониданро дар координатаҳои $I=f(V)$ месозанд. Нуқтаи эквивалентӣ ва ҳаҷми маҳлули титрантро, ки барои титркунии микдори барзиёди йод сарф шудааст, меёбанд.

Ҳисоббарориҳо. Микдори кислотаи аскорбинат дар 20,00 мл шарбат ва ё афшӯра (m, г) аз рӯи формулаи зерин ҳисоб карда мешавад:

$$m = \frac{C(1/2I_2) \cdot V(1/2I_2) - C(1/1Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3) \cdot M(1/2C_6H_8O_6)}{1000}$$

Дар ин ҷо: $C(1/2I_2)$ ва $C(1/1Na_2S_2O_3)$ – концентратсияҳои молярӣи эквивалентҳои маҳлулҳои йод ва тиосульфати натрий, мол/л; $V(I_2)$ ва $V(Na_2S_2O_3)$ ҳаҷмҳои маҳлулҳои йод ва тиосульфати натрий, мл;

$M(1/2 C_6H_8O_6)$ – массаи молярӣи эквиваленти кислотаи аскорбинат, г/мол.

Кори лаборатории № 13

Муайян кардани металлҳои вазнин дар консерваҳои шири

Муайянкунии металлҳои вазнин (мис, сурб ва рух) дар консерваҳои шири (шири қиёмшуда ва қаймоқ) ба қобилияти барқароршавии металлҳо дар болои электрод асос карда шудаанд. Барои бо усули волтамперометри муайян кардани металлҳо усули маҳлулҳои стандартӣ истифода карда мешаванд.

Мақсади кор: аз худ кардани методикаи намунагирии маҳсулоти шири (шири қиёмшуда ва қаймоқ) ва муайян кардани металлҳои вазнин бо усули маҳлулҳои стандартӣ.

Асбобҳо, зарфҳо ва реактивҳо

Полярограф
Электроди симобӣ-катрагӣ ва ё платинагии чархзананда
Электроди хлорнукрагин
Ячейкаи электролитӣ
Тарозуи техникӣ дақиқияташон дараҷаи 3
Ҳаммоми обӣ ё ҷевони хушккунанда
Печи муфелӣ
Колбаҳои ҷенақдори ғунҷоишашон 50 мл – 2 дона
Пипеткаҳои ҷенақдори ғунҷоишашон 1 мл ва 20 мл – 1 дона
Стаконҳои химиявӣ ғунҷоишашон 50 ва 100 мл – 1 дона
Қифи диаметраш 5 см
Косачаи фарфорӣ
Пипеткаҳои катрагӣ – 2 дона
Маҳлули стандартии сульфати миси титраш 1,0 мг/мл
Маҳлули стандартии нитрати сурби титраш 1,0 мг/мл
Маҳлули стандартии хлориди рухи титраш 1,0 мг/мл
Маҳлули буферии аммоний $pH=9,25$
Маҳлули концентронидаи кислотаи сулфат ($\rho=1,84$ г/см³)
Маҳлули концентронидаи кислотаи гидрогенхлорид ($\rho=1,19$ г/см³)

Маҳлули кислотаи гидрогенхлорид (1:1)
Маҳлули аммиакоб бо ҳиссаи массаи 25,0%
Маҳлули желатин бо ҳиссаи массаи 1,0%
Сулфити натрий тамғааш «х.т.»
Кислотаи шарбат тамғааш «х.т.»
Шпател
Қоғози филтри

Иҷрои кор

Тайёр кардани намунаи таҳлилтавонда. Дар косачаи фарфорӣ ($10\pm 0,01$ г) маҳсулоти таҳлилшавандаро бар кашида, дар ҳаммоми обӣ ё ҷевони хушккунанда хушк мекунанд. Маҳсули хушкро бо кислотаи сулфат тар карда, бо эҳтиёт дар печи муфелӣ дар ҳарорати 500°C месӯзонанд. Ба болои ҳокистари ҳосилшуда 2-3 катра кислотаи концентронидаи гидрогенхлорид илова намуда, дар ҳаммоми обӣ то бухор шудани кислота гарм мекунанд. Омехтаи дохили косачаи фарфорӣ бударо пурра ба колбан ҷенақдор гузаронида, косачаро якчанд маротиба бо оби дистиллӣ шуста, ба дохили колбаи ҷенақдор мерезанд. Намунаро бо маҳлули аммиакоб то пайдо шудани бўйи маҳсус нейтрализатсия мекунанд. Ҷенақдорро бо маҳлул то ҷенакаш оби дистиллиат пур мекунанд. Маҳлули дохили онро омехта карда, аз филтри чиндор ба дохили стакони химиявӣ ғунҷоишаш 100 мл мегузаронанд.

Пайваستҳои комплекси мис ва рух ба филтрат гузашта, гидроксидаи рух дар таҳшин мемонад.

Муайян кардани мис. Бо ёрии пипетка 20,0 мл филтратро ба стакони химиявӣ ғунҷоишаш 50 мл рехта, ба болои он 5 мл маҳлули буферии аммоний рехта, бо нӯги шпател сулфити натрий ва 10 катра маҳлули желатинро илова мекунанд. Маҳлулро омехта карда, ба дохили ячейкаи электролитӣ мегузаронанд.

Ба маҳлули таҳлилшаванда ду электродро гузошта, қимати ҷараёни диффузиони дар шиддати 2В сабт мекунанд. Мавҷи барқароршавии мис дар электроди поляризатсияшаванда дар

худудҳои -0,3 то -0,7В қарор дошта, потенциали ниммавҷ ба $E_{1/2} = -0,58В$ баробар аст.

Натиҷаҳои таҳлилро дар ҷадвал пур мекунанд.

Рақами таҷриба	Потенциал, В	Қувваи ҷараён I, мкА

Аз рӯи натиҷаҳои ба даст овардашуда амперограммаро дар координатаҳои: қувваи ҷараёни диффузионӣ, мкА – потенциал, В месозанд.

Дар дигар стакони химиявӣ маҳлули стандартӣ тайёр мекунанд. Бо ёрии пипетка 20,0 мл филтратро гирифта, ба болои он 4,0 мл маҳлули буферии аммоний, 1,00 мл маҳлули стандартии сульфати мис, бо нӯги шпател сульфити натрий ва 10 қатра маҳлули желатин илова мекунанд. Маҳлулро омехта карда, амперограммаро сабт мекунанд.

Дар амперограммаҳои таҳлилшаванда ва стандартӣ бо усулҳои расандаҳо баландии мавҷи маҳлули таҳлилшаванда (h) ва маҳлули стандартӣ ($h_{ст}$) мисро меёбанд.

Муайян кардани руҳ. Микдори руҳро дар маҳлули таҳлилшаванда муайян карда, волтампереограммаро таҳти шиддати 1,0-1,6В сабт мекунанд. Баъдан маҳлулро аз ячейка гирифта, ячейкаро бо оби дистиллӣ мешӯянд. Ба дохили ячейка 20,00 мл филтрат, 1,00 мл маҳлули стандартии хлориди руҳ, 4,00 мл маҳлули буферии аммоний, бо нӯги шпател сульфити натрий ва 10 қатра маҳлули желатинро илова мекунанд. Волтампереограммаи маҳлулро сабт мекунанд.

Аз рӯи график баландии мавҷи маҳлули таҳлилшаванда (h) ва маҳлули стандартиро ($h_{ст}$) меёбанд.

Муайян кардани сурб. Таҳшони зимни филтрукунӣ маҳлули аввалаи ҳосилшударо, ки дар таркибаш сурб аст, ба колба гузаронида, бо маҳлули кислотаи гидрогенхлорид (1:1) ҳал мекунанд. Ба болои он 2-4 грамм кислотаи шарбат, бо нӯги шпател сульфити натрий илова намуда, маҳлулро дар ҳаммоми обӣ то пурра баромадани гази SO_2 гарм мекунанд. Маҳлули дар колба бударо зерини оби равон то ҳарорати $20^{\circ}C$ хунук мекунанд, бо маҳлули аммиак то пайдо шудани бўйи

маҳсули аммиак нейтрализатсия карда, то ченаки колба оби дистиллиат илова мекунанд. Маҳлулро омехта карда, дар истакони химиявӣ ғунҷоишаш 100мл филтр мекунанд.

Бо ёрии пипетка 20,00 мл филтрати ҳосилшуда гирифта, ба истакони химиявӣ ғунҷоишаш 50 мл мерезанд. Ба болои он 5,00 мл маҳлули буферии аммоний илова намуда, омехта карда, ба дохили ячейкаи электролитӣ мерезанд. Волтампереограммаро таҳти потенциали 2В сабт мекунанд. Мавҷи барқароршавини сурб дар худудҳои -0,2 то -0,6 В қарор дорад, потенциали ниммавҷи $E_{1/2} = -0,50 В$ мебошад.

Маҳлули стандартиро чунин тайёр мекунанд. Ба стакони химиявӣ 20,00 мл филтратро гирифта, ба болои он 1,00 мл маҳлули стандартии сурб ва 4,00 мл маҳлули буферии аммоний илова мекунанд. Маҳлулро омехта карда, ба ячейка мегузоранд ва волтампереограммаро сабт мекунанд.

Аз рӯи волтампереограммаҳо баландии мавҷи маҳлули таҳлилшаванда (h) ва маҳлули стандартӣ ($h_{ст}$) ёфта мешавад.

Ҳисоббарориҳо. Аз рӯи баландии мавҷҳо, ки дар волтампереограммаҳои сабт кардашуда муайян карда мешаванд, микдори ҳар як элемент дар шири киёмшуда ва каймоқ (C , мг/кг) аз рӯи формулаи зерин ҳисоб карда мешавад:

$$C = \frac{C_{ст} \cdot h \cdot V \cdot V_0 \cdot 1000}{(h_{ст} \cdot V_{ст} - h \cdot V) \cdot m \cdot V_n};$$

дар ин ҷо: $C_{ст}$ – консентратсияи маҳлули стандартини металл, мг/мл; h ва $h_{ст}$ – баландии мавҷҳои маҳлулҳои таҳлилшаванда ва стандартӣ; V ва $V_{ст}$ – ҳаҷмҳои маҳлулҳои таҳлилшаванда ва стандартини дар ячейка гирифташуда, мл; V_0 – ҳаҷми умумии маҳлул, ки аз массаи барқаши сӯзонидашуда тайёр карда шудааст (ғунҷоиши колба), мл; V_n – ҳаҷми маҳлули филтрате, ки барои таҳлил гирифта шудааст (ғунҷоиши пипетка), мл; m – массаи барқаши маҳсулоти шири, г; 1000 – коэффитсиенти ҳисоббарорӣ дар 1 кг маҳсулоти шири.

БОБИ VI. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ КУЛОНОМЕТРӢ

6.1. Асосҳои назариявии усули кулонометрии таҳлил

Усули таҳлили кулонометрӣ ба ченкунии миқдори ҷараёне, ки барои оксид кардан ё барқарор кардани моддаҳо сарф мешавад, асос карда шудааст. Дар ин маврид энергияи электрикӣ ба энергияи реаксияи оксиду-барқароршавӣ мегузарад.

Дар таҳлил усули кулонометрӣ шурӯъ аз солҳои 1938 истифода карда мешавад. Химикони венгрӣ Ладислав Себелледи ва З.Шомоди ченкуниҳои кулонометриро барои стандартизатсияи маҳлулҳои кислотаи гидрогенхлорид, кислотаи сулфат, гидроксиди натрий ва дигар моддаҳо гузаронидаанд.

Ченкуниҳои кулонометрӣ ба омӯзиши равандҳои электролиз, ҷараёне реаксияи оксиду-барқароршавӣ, ки дар электродҳо зимни аз маҳлули таҳлилшаванда гузаронидани қувваи ҷараён ба амал меоянд, асос карда шудаанд. Усули кулонометрӣ – усули безталонӣ мебошад. Массани моддаи таҳлилшаванда дар ченкуниҳои кулонометрӣ бевосита аз қимати сигнали аналитикӣ муайян карда мешавад. Ҳисоббарориҳои миқдорӣ дар усули кулонометрӣ ба қонунҳои Фарадей ҳангоми электролиз асос карда шудаанд. Ифодаи математикии қонуни якҷояи Фарадей чунин аст:

$$m = \frac{M}{nF} Q = \frac{MI\tau}{nF};$$

Дар ин ҷо: m – массаи моддаи оксидшуда (ё барқароршуда) дар раванди электролиз, г; M – массаи молярии модда (г/мол); F – доимии Фарадей ($F=96487$ Кл/мол $\sim 9,65 \cdot 10^4$ Кл/мол); n – миқдори электронҳое, ки дар реаксияи электродӣ иштирок мекунанд; Q – миқдори ҷараён, Кл; I – қувваи ҷараён, А; τ – вақти электролиз, сон.

Қонунҳои миқдорие, ки раванди электролизро ифода мекунанд, аввали солҳои 1830 аз ҷониби олими англис Майкл Фарадей

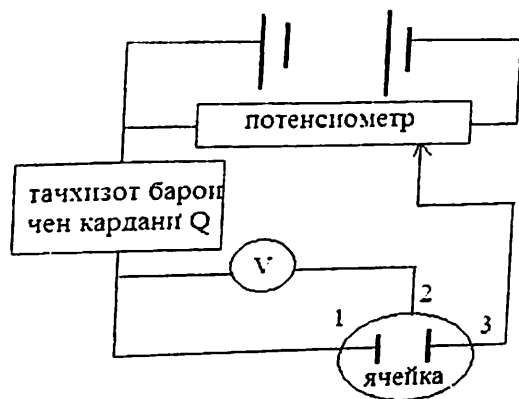
пешниҳод карда шудаанд. Физик, химик ва физико-химик англис М.Фарадей яке аз асосгузори электрохимияи миқдорӣ ба шумор меравад. Ӯ аввалин маротиба ҳодисаи индуксияи электромагнитӣ, диамагнетизм ва парамагнетизмро маълум карда, аввалин шуда ҷарҳзаниҳои ҳамвориҳои поляризатсияи рӯшноиро (эффекти Фарадэй) муайян кард, вольтметрро кашф намуд. Аввалин шуда мафҳуми майдон, истилоҳи «майдони магнитӣ» – ро истифода кард. Фарадей ба илми химия истилоҳҳои мутаҳарриқӣ, ион, катод, анод, электрод, электролизро ворид намуд.

Вобаста ба шароитҳои ченкуниҳои сигнали аналитикӣ кулонометрияро ба ду гурӯҳ ҷудо мекунанд: *потенсиостатикӣ* ва *гальваностатикӣ*. Дар ҳолати кулонометрияи *потенсиостатикӣ* ченкуниҳоро дар мавриди доимӣ будани потенциал, ва дар усули кулонометрияи *гальваностатикӣ* – дар мавриди доимӣ будани қувваи ҷараён мегузaronанд.

Вобаста ба истифодабарӣ усулҳои кулонометриро ба усулҳои *кулонометрии рост* ва *титркунии кулонометрӣ* ҷудо мекунанд. Дар усули кулонометрии *рост* моддаи таҳлилшаванда бевосита дар сатҳи болоии электрод ҷамъ мешавад. Дар усули титронидани кулонометрӣ моддаи муайяншаванда бевосита дар реаксияи электродӣ иштирок намекунад, аммо бо маҳсули реаксияи электролиз ба реаксия дохил мешавад.

6.2. Кулонометрияи рост

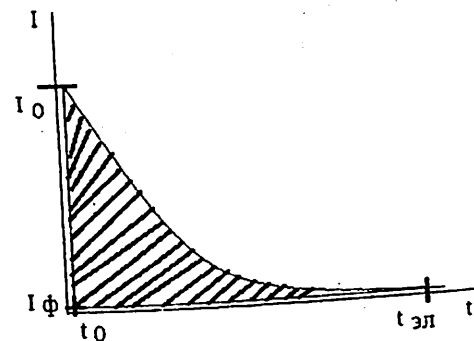
Одатан ченкуниҳои кулонометрӣ дар мавриди доимӣ будани потенциал гузаронида мешаванд. Кулонометрияи *рост* дар мавриди доимӣ будани потенциал дар ҳолатҳое истифода карда мешавад, ки дар он моддаи муайяншаванда дар сатҳи болоии электрод қарор дорад. Нақшаи принципалии таҷҳизоти ченкуниҳои *потенсиостатии кулонометрӣ* дар расми 21 оварда шудааст.



Расми 21. Накшан принципалии таҷхизот барои ченкуниҳои кулонометрии потенсиостатикӣ: 1 – электроди корӣ; 2 – электроди муқоисавӣ; 3 – электроди ёрирасон

Дақиқии ченкуниҳои кулонометрӣ дар мавриди доимӣ будани потенциал аз дақиқ муайян кардани миқдори ҷараён вобастагӣ дорад. Натиҷаҳои ченкуниҳои концентратсияи модда, ки бо усули кулонометрии потенсиостатӣ муайян карда мешаванд, нисбат ба усули кулонометрии галваностатикӣ дақиқтар мешаванд.

Барои муайян кардани миқдори ҷараён, ки аз ячейкаи электролитӣ гузаштааст, интеграторҳои электронӣ ё химиявии ҷараён (кулонометрҳо) истифода карда мешаванд. Ба ҷуз аз ин, миқдори ҷараёнро метавон ҳамчун масоҳати таҳти қатъатаи «қувваи ҷараён-вақт» (расми 22) муайян кард.



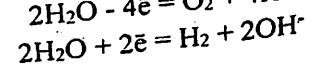
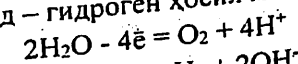
Расми 22. Вобастагии қувваи ҷараён дар усули кулонометрии потенсиостатикӣ

Агар қувваи ҷараён бо ампер ва вақт бо сония гирифта шавад, пас миқдори ҷараён бо кулон ифода карда мешавад.

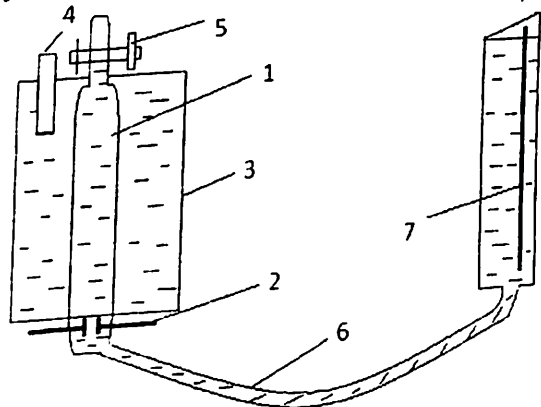
Кулонометр ин худ ячейкаи электролитӣ буда, дар он занҷири электрикӣ насб шудааст ва бо 100% баромади ҷараён реаксияи электрохимиявии стехиометрияаш маълум мегузарад. Кулонометрҳо ба якҷанд навъҳо ҷудо мешаванд: *гравиметрӣ, газӣ, титратсионӣ* ва *фотометрӣ*.

Кулонометрҳои *гравиметрӣ* аз катода платинагӣ ва анода аз металл (нукра, мис ва ғ.) сохташуда иборатанд, ки ионҳои номбурда дар маҳлул мавҷуданд. Миқдори ҷараёнро бо зиёдшавии массаи катода платинагӣ муайян мекунанд. Барои кулонометри нукрагин 1 Кл ҷараён ба 1,118 мг зиёдшавии массаи катод мувофиқ буда, барои кулонометри мисин бошад – ба 0,3295 мг.

Дар *кулонометрҳои газӣ* миқдори ҷараёнро аз рӯи ҳаҷми газ, ки дар мавриди электролиз ҳосил мешавад, муайян мекунанд. Мисол, дар кулонометри газии гидроген-оксиген дар мавриди электролизи об омехтаи оксиген ва гидроген ҳосил мешавад. Дар ин ҳолат 1 Кл ба 0,1797 мл (ш.н.) омехтаи мазкур баробар аст. Дар анод оксиген ва дар катод – гидроген ҳосил мешавад:



Ҳаҷми омехтаи газӣ ба миқдори ҷараён мутаносиби рост буда, онро бо бюреткаи ченакдор муайян мекунанд. Нақшаи кулонометри гидроген-оксигенӣ (обӣ) дар расми 23 оварда шудааст. Дар зарфи обдор (3) бюреткаи (1) бо электродҳо (2) гузошта шудааст. Қисмати поёнии бюретка бо бюреткаи ченкунанда (7) насб карда шудааст. Бюреткаҳои 1 ва 7 — ро бо маҳлули сульфати калий пур карда, дар ин ҳолат сатҳи маҳлул дар бюреткаи 1 бояд то ҷумаки (5) қарор дошта бошад. Баъд аз электролиз дар ҳар ду бюреткаҳо сатҳи баробари маҳлулхоро гузошта, аз рӯи бюреткаи ченакдор ҳаҷми омехтаи газии ҷудошуда муайян карда мешавад.



Расми 23. Нақшаи кулонометри обӣ: 1 — бюретка; 2 — электродҳо; 3 — зарф бо об; 4 — термометр; 5 — ҷумак; 6 — шланги резинӣ; 7 — бюреткаи ченкунанда

Дар кулонометрҳои титратсионӣ миқдори ҷараён дар мавриди титркунии маҳсули реаксияи электродӣ чен карда мешавад. Мисол, дар кулонометри йодӣ йоде, ки дар мавриди оксидшавии ионҳои йодид ҳосил мешавад, бо маҳлули тиосульфати натрий титр карда мешавад.

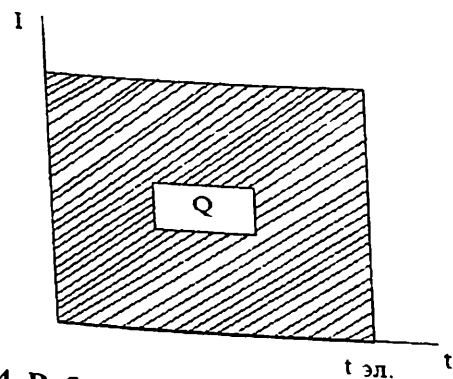
Дар кулонометрҳои фотометрӣ миқдори ҷараён аз рӯи зичии оптикӣ маҳлули ранга муайян карда мешавад. Мисол, дар

кулонометри йодии фотометрӣ реаксияи йод бо крахмал истифода карда мешавад.

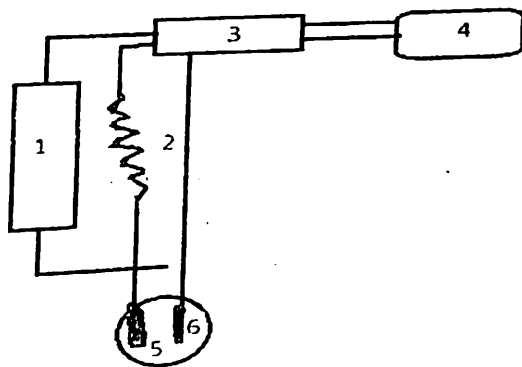
Кулонометрияи рост барои муайян кардани пайваستҳои Cu , Au , Ag , Tl , Sb ва дигар элементҳо, инчунин барои таҳлили хинонҳо ва гидрохинонҳо, фенолҳои бисёратома, пайваستҳои нитро-, нитрозо- ва нитрогенӣ, галогенҳосилаҳо ва ғ. истифода карда мешавад.

6.3. Титркунии кулонометрӣ

Дар титронидани кулонометрӣ ба сифати сигнали аналитикӣ ҳаҷми маҳлули стандартӣ не, балки миқдори ҷараёне, ки барои ҳосил кардани он лозим меояд, истифода карда мешавад. Тафовут бо усули кулонометрияи рост дар усули титронидани кулонометрӣ барои муайян кардани моддаҳои аз ҷиҳати электрикӣ нофаъол истифода карда мешаванд. Ченкуниҳои титронидани кулонометрӣ одатан дар мавриди доимӣ будани қувваи ҷараён гузаронида мешаванд. Миқдори ҷараён дар речаи мазкур ба ҳосили зарби қувваи ҷараён ба вақти электролиз баробар аст (расми 24).



Расми 24. Вобастагии қувваи ҷараён аз вақт дар кулонометрияи гальваностатикӣ
Нақшаи таҷҳизоти титркунии кулонометрӣ дар расми 25 оварда шудааст.



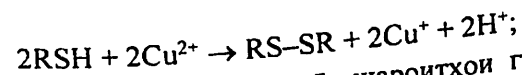
Расми 25. Накшай принципноӣ барои титркунии кулонометрӣ: 1 – таҷхизот барои чен кардани фарқи потенциалҳо; 2 – муковимат; 3 – манбаи қувваи ҷараёни доимӣ; 4 – хронометр; 5 – электроди корӣ; 6 – электроди ёридаанда

Электроди корӣ одатан аз платина, тилло, симоб (барои равандҳои катодӣ) сохта мешавад. Ба ҳайси электроди ёрирасон – сими платинагӣ, баъзан графит истифода карда мешавад. Электроди ёрирасонро аз маҳлул бо ёрии диафрагма, ки аз шишаи ковокдор ва ё платмасса сохта мешавад, ҷудо мекунанд. Дар асоси титркунии кулонометрӣ типҳои гуногуни реаксияҳои химиявӣ истифода карда мешаванд. Ин гуна титркунӣ дар таҳлили моддаҳои гайриорганикӣ, органикӣ гузаронида мешавад.

Усули титронидани кулонометрӣ дар мавриди муайян кардани об дар маводҳои гуногун истифода карда мешавад. Дар усули классикӣ муайян кардани об бо истифодаи реактиви Фишер стандартизатсияи маҳлули титрант (йод) талаб карда мешавад, аммо дар титронидани кулонометрӣ маҳлули йод истифода карда мешавад, ки он дар электроди платинагӣ генератсия карда мешавад. Усули титронидани кулонометрӣ барои муайян кардани моддаҳои органикӣ ба таври васеъ истифода карда мешавад. Бо ионҳои электрогенератсияшудаи гидроген титркунии кулонометрии

асосҳои органикӣ дар муҳитҳои беоб гузаронида мешавад (димедрол, кофеин, папаверин, норсульфазол ва ғ.).

Таҳлили маводҳои дорувории галогенӣ (димедрол, дибазол ва ғ.) бо ёрии йоди электрогенератсияшуда дар ҳосилшавии пайвастиҳои устувори ICl , IBr асос карда шудааст. Дар реаксияҳои ҷойивазшавии электрофилий бо иони I^+ ҳосилаҳои бензол ба реаксия дохил мешаванд, ки дар худ ҷойивазшудаҳои электродонорӣ доранд. Суръати реаксия аз сохти ҳосилаҳои бензол вобаста буда, дар қатори зерин аз чап ба рост паст мешавад: крезолҳо, фенолҳо, ксилолҳо. Титркунии кулонометрӣ барои таҳлили намудани пайвастиҳои органикӣ, ки дар худ гурӯҳҳои функционалии дорои қобилияти оксидшавӣ ва барқароршавӣ доранд, дохил мешаванд. Ба ин гуна пайвастиҳо дохил мешаванд гидразонҳо ва гидразидҳо, меркаптанҳо, аминопайвастиҳои ароматӣ ва ҳосилаҳои сулфамидҳо, пайвастиҳои нитрогенӣ ва нитрозӣ. Барои оксидшавии пайвастиҳои органикӣ ионҳои генератсияшудаи $Cu(II)$, $Cr(VI)$, $Ce(IV)$, I^+ , Br_2 ва ғ. истифода карда мешаванд. Реаксияҳои оксидшавӣ вобаста ба табиати титрант ва моддаи таҳлилшаванда гуногун мегузаранд. Мисол, меркаптанҳо ва ҳосилаҳои тиомочевина то дисульфидҳо ва сулфокислотаҳо, гидразидҳо ва гидразонҳо то нитроген оксид мешаванд:



Дар ҷадвали 8 маҳлулҳои корӣ, шароитҳои гузаронидани моддаҳои таҳлилшаванда бо усули титронидани кулонометрӣ оварда шудаанд.

Ҷадвали 8

Титркунии кулонометрии баъзе пайвастиҳои органикӣ

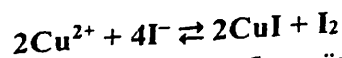
Титрант	Электролити фон	Моддаҳои таҳлилшаванда
$Cu(II)$	ДМФА; 0,5M $NaClO_4$	Кислотаи аскорбинат, тиомочевина, бензилтиомочевина
$V(V)$	CH_3COOH ; 0,5M $HClO_4$	Кислотаи аскорбинат, гидрохинон, прирокатехин,

		фтивазид
Ce(IV)	CH ₃ COOH; 0,5M HClO ₄	П-Аминофенон, норсульфазол, сулгин, кислотаи сулфанилй
Br ₂	CH ₃ COOH; 0,2M HClO ₄ CH ₃ CN; 0,2M HClO ₄	Аналгин, метионин, метилтиоурасил Сиклогексан, фенол
Cl ₂	CH ₃ COOH; 0,2M HClO ₄ CH ₃ CN; 0,2M HClO ₄	Кофеин, теобромин Теофиллин
I(I)	CH ₃ COOH; 0,2M HClO ₄	Дибазол, димедрол, Витамины B ₁ , папаверин; изониазид
BrO ⁻	Махлули буферии фосфатй pH=8,7; 0,2MKBr	Изониазид, никотинамид, фталазол, стрептосид, этазол
H ⁺	CH ₃ CN; 0,25M NaClO ₄ Атсетон; 0,25 M NaClO ₄	Амидопирин, п- аминосалитсилати натрий Димедрол, кофеин, новокаин

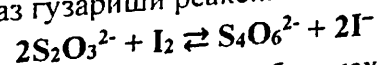
Кори лаборатории № 14

Бо усули кулонометрй муайян кардани мис (II)

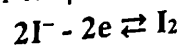
Муайянкунии мис (II) ба титркунии кулонометрии баръакси йод, ки дар натиҷан реаксияи зерин чудо мешавад, асос карда шудааст:



Ба тахшини ҳосилшуда миқдори барзиёди тиосульфати натрий илова намуда, баъд аз гузариши реаксияи



маҳлули тиосульфати боқимондари маҳлули йод, ки дар электроди платинагй аз реагенти ёрирасони электрогенератсияшудаи KI титр мекунамд:



Нуктаи охирини титронидан ба таври визуалй аз рӯи пайдо шудани ранги маҳсули пайвасти комплексии крахмал бо йод муайян карда мешавад.

Асбобҳо ва реактивҳо

Стенди лаборатории электрохимиявй

Электроди генератории платинагй

Электроди ёрирасони карбонй-шишагй

Қисми катодй (ячейка бо мембрана) барои электроди ёрирасони карбонй-шишагин бо маҳлули сери хлориди калий (ё купрукчаи намакй)

Маҳлули тиосульфати натрий концентратсияш $1 \cdot 10^{-3}$ мол/л

Маҳлули йодиди калий концентратсияш 0,2 мол/л

Маҳлули оҳар концентратсияш 1%

Иҷрои кор

Стандартизатсияи маҳлули тиосульфати натрий бо усули титркунии кулонометрй бо муайянкунии визуалии нуктаи охирини титронидан. Ба стакан барои титркунй 10,00 мл маҳлули 0,2 мол/л йодиди калий ва 1,00 мл маҳлули оҳар илова мекунамд. Ба дохили маҳлул электродҳои платинагии генераторй ва электроди ёрирасони карбонй-шишагй бо 1,5-2,0 см ворид мекунамд. Барномаи «MultyLab» - ро пахш намуда, дар ин ҳолат дар монитор равшанаи барнома аён мегардад. Дар равшанаи диалогй «Текущие установки» қимати доимии қувваи ҷараёнро «5мА» дохил намуда, параметри қайдгириро барои занҷири генератории – «Қувваи ҷараён ±10мА» интихоб мекунамд. Электроди платинагии генераториро ба системаи U насб карда, электроди ёрирасони карбонй – шишагинро ба қисмати ҷудогонаи бо маҳлули сери KCl мегузоранд (мумкин аст купрукчаи намакй истифода карда шавад). Титркуниро бо маҳлули электрогенератсияшудаи йод то пайдо шудани ранги кабуд идома медиҳанд. Аз рӯи натиҷаҳои титркунии кулонометрй массаи тиосульфати натрий ($m_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$) дар алиқвотаи

махлули тахлидшаванда (бо грамм) бо истифода аз конуни Фарадей хисоб карда мешавад:

$$m_{Na_2S_2O_3} = \frac{Q \cdot M_{\frac{1}{2}(Na_2S_2O_3)}}{F};$$

Дар ин ҷо: Q миқдори ҷараён, ки барои титркунии аликвотаи махлули тахлилшавандаи $Na_2S_2O_3$ сарф шудааст, Кл; M — массаи молярии эквиваленти тиосульфати натрий, г/мол-экв.; F — доимии Фарадей (96485 Кл).

Нормалнокии махлули тиосульфати натрий аз рӯи формулаи зерин хисоб карда мешавад:

$$N_{Na_2S_2O_3} = \frac{m_{Na_2S_2O_3} \cdot 1000}{V_{Na_2S_2O_3} \cdot M_{\frac{1}{2}(Na_2S_2O_3)}};$$

Дар ин ҷо: $m_{Na_2S_2O_3}$ — массаи муайян карда шудаи тиосульфати натрий дар аликвотаи махлули тахлилшаванда, г; V — ҳаҷми қисмати аликвотаи $Na_2S_2O_3$, мл.

Муайян кардани миқдори мис дар маҳлул. Ба махлули контролӣ, ки дар он махлули мис (II) мавҷуд аст, 10,00 мл махлули йодиди калий илова мекунанд. Баъд ба болои он 10,00 мл махлули тиосульфати натрий ва 1,00 мл махлули оҳар илова мекунанд. Баъдан титркуниро ба мисли титркунии махлули тиосульфати натрий ба анҷом мерасонанд. Миқдори ҷараён Q — ро, ки барои генератсияи йод сарф шудааст, меёбанд.

Ҳисоби миқдори мис (II) (бо грамм) аз рӯи формулаи зерин гузаронида мешавад:

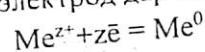
$$m_{Cu} = \frac{Q \cdot M_{\frac{1}{2}(Cu)}}{F};$$

Дар ин ҷо: Q — миқдори ҷараён, ки аз рӯи формулаи $Q=Q_1-Q_2$ ҳисобида мешавад; $M_{\frac{1}{2}(Cu)}$ — массаи молярии эквиваленти мис, г/мол-экв.; F — доимии Фарадей (96 485 Кл).

БОБИ VII. УСУЛИ ТАҲЛИЛИ ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРӢ

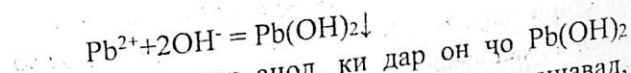
7.1. Характеристикан умумии усул

Усули таҳлили электрогравиметрӣ ба ҷенкунии массаи моддан тахлилшаванда, ки дар электрод дар шакли тоза дар раванди электролиз ҳосил мешавад, асос карда шудааст. Усули таҳлили электрогравиметрӣ барои муайян кардани металлҳои истифода карда мешавад ва барои назорати аналитикии металлҳои ранга ва ғудохтаҳои истифода карда мешавад. Дар раванди электролиз гузариши катионҳои металл ба электроди зарядаш манфӣ (катод), базарядшавии катионҳо аз ҳисоби электронҳои, ки катод мебарорад ва ҷудошавии металл дар электрод дар шакли озод ба амал меояд:

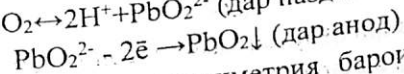
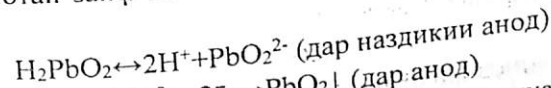


Массаи металл дар махлули тахлилшаванда аз рӯи зиёдшавии массаи электродҳои, ки пешакӣ бар қашида шудаанд, муайян карда мешавад. Ҳамин тариқ, *массаи иловагии электродҳо ин худ сигнали аналитикии таҳлили гравиметрӣ ба шумор меравад.*

Бархе аз металлҳо дар раванди электролиз дар намуди металлҳои тоза дар катод не, балки дар намуди оксидҳои металлҳо ҷамъ мешаванд, мисол, манган дар намуди MnO_2 , сурб дар намуди PbO_2 . Мисол:



Реаксияи мазкур дар наздикии анод, ки дар он ҷо $Pb(OH)_2$ ҳамчун кислотаи заиф ва ё асоси заиф ба назар гирифта мешавад, мегузарад:



Усули таҳлили электрогравиметрия барои муайян кардани металлҳои, ки таҳшини зичро дар болои электрод ҳосил мекунанд, истифода карда мешавад. Таҳшинҳои ҳосилшуда зимни шустан, хушк кардан ва бар қашидан намерезанд.

Электродҳои усули электрогравиметрия бояд ба талаботҳои зерин ҷавобгӯ бошанд:

- аз ҷиҳати химиявӣ инертӣ бояд бошанд
- таҳшинҳои ҳосилшуда бояд мустаҳкам дар болои электродҳо нигоҳ дошта шаванд;
- андозаашон нисбатан калон ва массаашон нисбатан паст бояд бошад;
- ба омехтакунии маҳлул монеагӣ зохир накунад.

Ба ҳамаи талаботҳои дар боло зикр гардида электродҳои платинагии тӯрӣ ҷавобгӯ мебошанд. Ба сифати анод дар аксар маврид сими платинагӣ, дар шакли спиралмонанд кат карда шудааст, истифода карда мешавад.

7.2. Қонунҳои Фарадей

Қонунҳои Фарадей ин худ қонунҳои электролиз буда, солҳои сиёми асри XIX аз ҷониби Фарадей пешниҳод карда шудаанд. Қонуни якуми Фарадей чунин шарҳ дода мешавад:

Миқдори моддаи дар сатҳи электрод дар натиҷаи реаксияи электролиз ҳосилшуда ба миқдори ҷараёни аз маҳлул гузашта Q мутаносиби рост аст.

$$m = k \cdot Q$$

Дар ин ҷо: k – коэффитсиенти мутаносибият - миқдори моддаи дар натиҷаи электролиз ҷудошуда хангоми гузаштани як воҳид миқдори ҷараён. Ин бузургӣ эквиваленти электрохимиявии модда номида мешавад.

Миқдори ҷараён ин худ ҳосили зарби қувваи ҷараён I ва вақти гузаштани электролиз t мебошад:

$$Q = I \cdot t$$

Воҳиди миқдори ҷараён ампер-сония (А·с) ё кулон (Кл) мебошад. Агар вақт бо соат гирифта шавад, пас воҳиди ампер-соат (А·ч) ба 3600 Кл баробар аст.

Зимни аз маҳлули электролит гузаштани як кулон ҷараён дар электродҳо $6,28 \cdot 10^{18}$ ионҳои якзаряд барқарор мешаванд. Пас, барои ин миқдори баробари электронҳо лозим меояд. Аз ин ҷо метавон заряди электрон ёфта шавад:

$$1/6,28 \cdot 10^{18} = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ Кл}$$

Зимни якҷоя намудани ифодаи миқдори ҷараён ба муодилаи қонунӣ якуми Фарадей ифода зеринро ба даст меорем:

$$m = k \cdot I \cdot t$$

Қонуни дуҷоми Фарадей чунин шарҳ дода мешавад:

Зимни сарфи миқдори ҷараёни якхела миқдори моддаҳои дар натиҷа электролиз ҳосилшуда ба эквивалентҳои химиявии онҳо баробар мешавад.

Бояд хотиррасон кард, ки эквиваленти химиявии моддаи содда ё мураккаб ин чунин миқдори модда мебошад, ки бе бақия бо 1 мол атоми гидроген ба реаксия дохил мешавад, ё худ дар реаксияҳои химиявӣ як мол атоми гидрогенро иваз мекунад.

Барои ҷудо кардани як эквивалент дилхоҳ модда бояд $6,02 \cdot 10^{23} \cdot 1,602 \cdot 10^{-19} = 96\,500$ Кл сарф шавад. Миқдори ҷараёне, ки барои ҷудокунии электролитии як эквивалент дилхоҳ модда $96\,500$ Кл – ро ташкил медиҳад, адади Фарадей ном дорад. Вобаста ба ин, эквиваленти электрохимиявӣ чунин ҳисобида мешавад:

$$k = 96\,500$$

Ифодаи эквиваленти электрохимиявиро ба муодилаи қонунӣ якуми Фарадей мегузорем:

$$m = I \cdot t \cdot 96\,500$$

Ифодаи мазкур қонуни умумии Фарадей номида мешавад. Қонуни мазкур вобастагии миқдори моддаи бо роҳи электролиз ҳосилшударо аз миқдори ҷараёни сарфшуда ва эквиваленти химиявии он ифода мекунад.

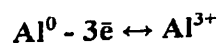
Кори лаборатории № 15

Муайян кардани мис дар никел бо усули электрогравиметрия бо роҳи электролизи даруна

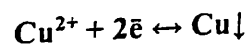
Моҳияти усул

Омехтаи мис дар никел аз якҷанд ҳиссаҳои садии фоиз то 0,5% - ро ташкил медиҳад. Барои муайян кардани мис никели

металлии таҳлилшавандаро дар кислотаи нитрат ҳал намуда, мисро аз маҳлул дар катоди платинагӣ чудо мекунад. Ионҳои Cu^{2+} миқдоран дар катоди платинагии тӯрӣ дар мавриди электродро бо аноди аз алюминий сохташуда пайваست кардан барқарор мешаванд. Ҳамин тариқ, дар элементи галвании мазкур алюминий, ки дорои потенциали пасти оксиду-барқароршавӣ аст, ҳал шуда, ба маҳлул мегузарад:



Электронҳои дар ин маврид ҷудошуда тавассути сими алюминий ба электроди платинагӣ мегузаранд. Дар натиҷа тӯри платинагӣ дорои заряди манфӣ гашта, ба самти он ба таври электростатикӣ ионҳои Cu^{2+} мегузаранд. Платина электронҳоро ба ионҳои Cu^{2+} дода, мисро то металл дар тӯри платинагӣ барқарор мекунад:



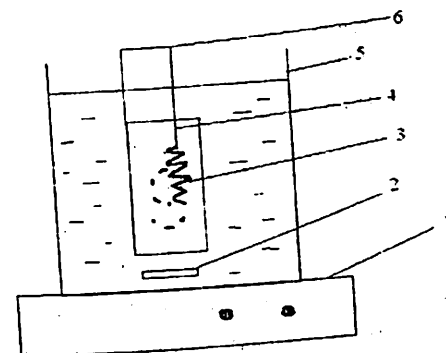
Ба ҷойи алюминий дигар металлҳоро низ истифода кардан мумкин аст (Zn, Fe, Pb ва ғ.), ки онҳо нисбат ба металл таҳлилшаванда дорои потенциали манфитар мебошанд. Барои тезонидани раванди электролиз маҳлулро то $80-85^\circ\text{C}$ гарм мекунад.

Асбобҳо, зарфҳо ва реактивҳо

1. Тачхизоти электролизӣ, (электролизёр – стакони химиявӣ гунҷоишаш 200 мл, қолиб барои нигоҳ доштани электродҳо)
2. Тарозуи аналитикӣ
3. Эксикатор
4. Электродҳои платинагии тӯрӣ ва алюминийгӣ
5. Силиндр барои гирифтани ҳаҷми 10-20 мл
6. Ҳаммоми обӣ
7. Маҳлули гидроксиди натрий NaOH концентратсияш 10%
8. Кислотаи сульфат H_2SO_4 серобкарда (1:1)
9. Маҳлули сульфати гидразин $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ концентратсияш 1%

Иҷрои кор

Таҳлил дар таҷхизоти дар расми 26 овардашуда гузаронида мешавад.



Расми 26. Нақшаи таҷхизот барои электролизи даруна

1 – омехтакунаки магнитӣ; 2 – меҳвари омехтакунаки магнитӣ; 3 – электроди платинагии тӯрӣ; 4 – электроди спиралмонанди алюминийгӣ; 5 – стакан бо маҳлули таҳлилшаванда; 6 – васл

Электроди платинагии тӯриро дар тарозуҳои аналитикӣ дақиқиашон то 10^{-4} грамм бар мекашанд. Аноди алюминийгӣ спиралмонандро дар маҳлули NaOH муддати 30 сония барои тоза кардани қабати оксидӣ мешӯянд.

Маҳлули металл таҳлилшавандаро ба стакони химиявӣ ҳаҷмаш 200 мл мегузаронанд. Ба маҳлул охиста-охиста зимни омехта кардан маҳлули 10%-и гидроксиди натрий то пайдо шудани ранги тирашакли маҳлул илова мекунад. Баъдан ба маҳлул тақрибан 4,0 мл маҳлули кислотаи сульфат (1:1), 10 мл маҳлули сульфати гидразин илова намуда, маҳлули дар стакан бударо то нимаи ҳаҷми стакан бо оби дистиллӣ сероб мекунад. Маҳлулро дар ҳаммоми обӣ то $\sim 80^\circ\text{C}$ гарм мекунад.

Электродҳои платинагӣ тӯрӣ ва алюминиро дар қолиби электродӣ чунин мегузоранд, то электроди спиралмонанди алюминӣ дар дохили тӯри платинагӣ қарор дошта бошад. Чуфти электродҳоро ба маҳлули таҳлилшаванда чунин мегузоранд, то 1 см қисмати тӯри платинагӣ аз маҳлул берун бошад.

Аз ин лаҳза электролиз оғоз мегардад. Баъд аз 40 дақиқа оғози электролиз пурра таҳшиншавии мисро месанҷанд. Барои ин оби дистиллиро чунин илова мекунанд, то электроди платинагӣ пурра дар дохили маҳлул қарор гирад. Баъд мушоҳида карда мешавад, ки дар ин қисмат мис барқарор мешавад ё на.

Агар муддати аз 3-5 дақиқа баъд аз илова кардани об таҳшини мис ҳосил нашавад, пас раванди электролиз ба анҷом расида доништа мешавад ва электрод бо таҳшини мисинро мешӯянд. Барои шустани электрод онро аз маҳлул бароварда, дар қисмати болоии штатив мегузоранд. Электродро бо оби дистиллӣ 2-3 маротиба мешӯянд. Баъд аз шустани электродро муддати 15 дақиқа дар ҳарорати 105°C таҳти лампаи инфрасурх хушк мекунанд.

Баъд аз хушконидаи электродро дар ҳарорати ҳона дар оксикатор хунук карда, дар тарозуҳои аналитикӣ бар мекашанд.

Микдори мис дар объекти таҳлилшаванда аз рӯи массаи изофашудаи электроди платинагӣ муайян карда мешавад.

Рӯйхати адабиёти истифодашуда

1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. 2 Том. Тарҷума аз забони англисӣ зери таҳрири Р.Келнер ва дигарон. М.: «Мир». ООО Нашрияи АСТ. 2004.
2. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа: Учебник для вузов / А.Ф. Жуков [и др.]; под ред. О.М. Петрухина. М.: Химия. 2001.
3. Будников, Г.К. Основы современного электрохимического анализа/Г.К.Будников, В.Н.Майстренко, М.Р. Вяселев. М.: Мир: Бином ЛЗ. 2003.
4. Кори́та, И. Ионоселективные электроды. Пер. с чешск./И.Кори́та, К.Штулик; под ред. О.М. Петрухина. М.: Мир. 1989.
5. Отто, М. Современные методы аналитической химии (в 2 – х томах) / М.Отто. М.: Техносфера. 2003.
6. Плэмбек, Дж. Электрохимические методы анализа. Пер. с англ. / Дж.Плэмбек. М.: Мир. 1985.
7. Пилипенко, А.Т. Аналитическая химия: В двух книгах / А.Т. Пилипенко, И.В. Пятницкий. М.: Химия. 1990.
8. Harvey, D. Modern analytical chemistry / D.Harvey. McGraw Hill, 2000.
9. Агасян, П.К. Кулонометрический метод анализа / П.К. Агасян, Т.К. Хамракулов. М.: Химия.
10. Васильев, В.П. Аналитическая химия. Учеб. для студ. вузов. в 2-х кн. / В.П. Васильев. 5-е издание, М.: Дрофа. 2005. 2 кн.
11. Дамаскин, Б.Б. Электрохимия: Учебник для вузов / Б.Б. Дамаскин, О.А. Петрий, Г.А. Цирилина. М.: Химия. 2001.
12. Основы аналитической химии. В 2 кн. Учебн. для вузов / Ю.А. Золотов [и др.] под ред. Ю.А.Золотова. 3-е изд. перераб. и доп. М.: Высш.школ. 2004.

13. Жебентяев, А.И. Электрохимические методы анализа. / Жебентяев А.И., Жерносек А.К., Талуть И.Е. Пособие для студентов вузов. Витебск. 2015.
14. Неудачина, Л.К. Электрохимические методы анализа. / Неудачина Л.К., Петрова Ю.С., Лакиза Н.В., Е.Л. Лебедева. // Руководство к лабораторному практикуму. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та. 2014.

Қурбонова Ф.Ш.

**ДАСТУРИ МЕТОДӢ ДОИР БА
УСУЛҲОИ
ЭЛЕКТРОХИМИЯВИИ ТАҲЛИЛ**

Душанбе - 2021

1500M

Ба матбаа 19.04.2021 супорида шуд.
Ба чопаш 21.04.2021 имзо шуд.
Қоғаз офсет. Андозаи 60x84 1/16. Ҷузъи чопӣ 6,75.
Супориши № 22. Адади нашр 100 нусха.
Матбааи Донишгоҳи миллии Тоҷикистон.
ш. Душанбе, кӯчаи Лоҳутӣ, 2.

