

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

**NEFT-KİMYA SƏNAYESİNDƏ  
İSTİFADƏ OLUNAN KİMYƏVİ  
ANALİZ METODLARI**

**II hissə**

**BAKİ – «ELM» – 2012**

**Rəyçilər:**

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

X.C.Nağıyev  
*BDU-nun dosenti*

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

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

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

**R.Ə.Əliyeva, S.R.Hacıyeva, F.M.Çıraqov, Z.A.Məmmədov.** Neft-  
kimya sənayesində istifadə olunan kimyəvi analiz metodları. II hissə. Bakı:  
"Elm", 2012, 272 səh.

ISBN 978-9952-453-26-3

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

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

Kitab ixtisash kadrlar üçün nəzərdə tutulmuşdur.

655(07) - 2012

© «Elm» nəşriyyatı, 2012

662 H  
+ N34

249942

# I FƏSİL

## 1 İşlənmiş sulfat turşusunda turşunun miqdarının təyini

Təyinat analiz olunan məhsulun qələvi məhlulu ilə titirlənməsinə əsaslanır.

### 1.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

- 500 ml həcmli ölçü kolbası
- 50 ml həcmli pipet
- 250-300 ml həcmli konusvari kolba
- 1 n natrium hidroksid məhlulu
- 1% fenolftaleinin spirtli məhlulu (indikator)

### 1.2. Təyinatın gedişi

Texniki tərəzidə 10 qrama yaxın analiz olunan məhsulu çəkirlər, sonra ölçü kolbasına tökərək cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırıb, diqqətlə qarışdırırlar. Konusvari kolbaya pipet ilə 50 ml durulaşmış turşudan töküüb, 50 ml distillə suyu və bir neçə damcı fenolftalein əlavə edirlər və 1 n natrium hidroksidlə çəhrayı rəng alınana qədər titirləyirlər.

Sulfat turşusunun miqdarını çəki %-lə (X) aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{a \cdot f \cdot 0,049 \cdot 500 \cdot 100}{q} = \frac{a \cdot f \cdot 49}{q}$$

Burada;

*a* - titrləməyə sərf olunan 1 n N natrium hidroksid məhlulunun həcmi, ml.

*f* - 1 n natrium hidroksidin faktoru

*q* - analiz üçün götürülən turşunun çəkisi, qram.

0,049 - dəqiq 1 n qələvi məhlulunun 1ml -ə uyğun sulfat turşusunun miqdarı, qram.

Təyinata sərf olunan vaxt 10÷15 dəqiqə.

Yol verilən xəta 0,5%.

## 2. Natrium hidroksid məhlullarında natrium hidroksidin miqdarının təyini

Təyin olunan məhsulun analizi fenolftaleinin iştirakı ilə turşu məhlulunun titirlənməsinə əsaslanır.

### 2.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

- 200-250 ml həcmli konusvari kolba
- 1 n xlorid və ya sulfat turşusu məhlulu
- 1%-li fenolftaleinin spirtdə məhlulu

### 2.2. Təyinatın gedişi

Konusvari kolbada texniki tərəzi ilə 0,01-0,02 qram dəqiqliklə 5 qram analiz olunan nümunəni çəkirlər, 30 ml distillə suyu, bir neçə damcı fenolftalein əlavə edirlər və 1 n turşu məhlulu ilə rəng itənə qədər titirləyirlər. Natrium hidroksidin miqdarını, çəki %-lə (X) aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = \frac{a \cdot f \cdot 0,040 \cdot 100}{q} = \frac{a \cdot f \cdot 4}{q}$$

burada:

- a* - titrləməyə sərf olunmuş 1n turşunun miqdarı, ml
- f* - 1n turşunun faktoru
- q* - analiz olunan məhlulun miqdarı
- 0,040 - dəqiq 1n turşu məhlulünün 1ml-ə uyğun natrium hidroksidin miqdarı, qram.

Təyinata sərf olunan vaxt – 10 dəqiqəyə yaxın.

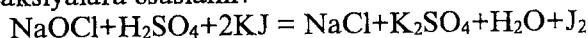
Yol verilən xəta:

- 1) 5%-ə qədər olduqda-0,2%
- 2) 5-dən 20%-dən olduqda – 0,3%
- 3) 20%-dən yuxarı olduqda – 0,5%

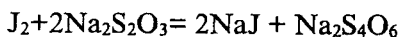
## 3. Hipoxlorid məhlulunun analizi

Hipoxlorid məhlulunda fəal xlorun miqdarı yodometrik üsulla (a), qələvinin miqdarı titirləmə (b) ilə təyin olunur.

Aktiv xlorun hipoxlorid məhlullarında yodometrik təyini aşağıdakı reaksiyalara əsaslanır:







### 3.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

- 250 ml həcli konusvari kolba
- 10 ml həcmli pipet
- 10%-li kalium yod məhlulu
- 0,1 n sulfat turşusu məhlulu
- 0,1 n hiposulfit məhlulu
- 1%-li nişasta məhlulu (indiqaator)

### 3.2. Təyinatın gedişi

Konusvari kolbadakı 50 ml distillə suyuna büretdən dəqiq miqdarda 0,1 n turşu məhlulu (hipoxloritdə fəal xlorun miqdarından asılı olaraq 40-dan 80 –dək ml) və 10 ml kalium yod məhlulu əlavə edib kolbanı tıxacla bağlayıb 0,01-0,02qram dəqiqliyi ilə texniki tərəzidə çəkirlər. Sonra kolbaya 1,5÷2,0 qram analiz olunan hipoxlorid məhlulu əlavə edib və tıxacla bağlayıb, yenə də çəkirlər. Ayrılmış yodu 0,1n hiposulfit məhlulu ilə açıq sarı rəngə qədər titirləyirlər. Sonra 1-2 ml nişasta məhlulu əlavə edərək titirləməni nişastanın əlavəsindən alınan göy rəng itənə kimi, davam etdirirlər.

a) Aktiv xlorun miqdarını çəki %-lə (X) aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{a \cdot f \cdot 0,00355 \cdot 10}{q} = \frac{a \cdot f \cdot 0,00355}{q}$$

burada:

- a* - ayrılan yodun titrləməsinə sərf olunan 0,1n hiposulfit məhlulunun miqdarı, ml
- f* - 0,1n hiposulfit məhlulunun faktoru
- q* - hipoxlorit məhlulunun çəkisi, qram
- 0,00355 - dəqiq 0,1 n hiposulfit məhlulunun 1ml-ə uyğun olan xlorun miqdarı, qram.

Təyinata sərf olunan vaxt: 10÷15 dəqiqə.

Yol verilən xəta: 0,3%.

b) Azad qələvinin təyini fəal xlorun təyində əlavə olunan sulfat turşusu qalığının titrləməsinə əsaslanır.

### 3.3. Təyin üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:

- 0,1n natrium hidroksid məhlulu
- 0,1%-li metiloranj məhlulu

### 3.4. Təyinatın gedişi

Xloru təyin etdikdən sonra məhlula 1-2 damcı metiloranj məhlulu əlavə edərək 0,1n qələvi məhlulu ilə rəngin çəhraydan sarıya keçənə qədər titrləyirlər.

Azad qələvinin miqdarı çəki %-lə ( $y$ ) aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$y = \frac{a_1 \cdot f_1 - (a_2 \cdot f_2 - a \cdot f) \cdot 0,0040 \cdot 100}{q} \quad (2)$$

burada:

- $a_1$  –aktiv xlorun təyini üçün götürülmüş 0,1n turşu məhlulunun miqdarı, ml
- $f_1$  – 0,1n turşu məhlulunun faktoru
- $a_2$  – əlavə olunmuş turşunun qalığının neytrallaşmasına sərf olunan 0,1n qələvi məhlulunun miqdarı, ml
- $f$  – 0,1n turşu məhlulunun miqdarı
- 0,004 – 0,1n turşu məhlulunun 1 ml uyğun olan natrium hidroksidin miqdarı, qram.

Qalan işarələr düstur 1-də olduğu kimidir

Təyinə sərf olunan vaxt: 54 dəqiqə.

Yol verilən xəta: 0,5%.

## 4. Emilqatorlu turşunun turşuluğunun təyini

Emilqatorlu turşunun tuşuluğu qələvi məhlulla titrləməklə təyin edilir və 10 qram analiz olunan məhsulun neytrallaşmasına sərf olunan 1n qələvi məhlulunun millilitrlə ifadə olunur (turşunun «titri» adlandırılır).

#### 4.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

- 200-250ml həcmli konusvari kolba
- Etil efiri
- 1n natrium oksid məhlulu
- 1%-li fenolftaleinin spirtli məhlulu

#### 4.2. Təyinatın gedişi

Analitik tərəzidə (0,001 qram dəqiqliyi ilə) konusvari kolbada 1,5÷2 qram analiz olunan nümunəni çəkib 100ml distillə suyu əlavə edirlər və kolbanın içindəkini, emilqatorlu turşu suda həll olunana qədər qızdırırlar. Köpüyü dağıtmaq üçün bir neçə ml etil efiri əlavə edirlər, sonra bir neçə damcı fenolftalein məhlulu əlavə edib çəhrayı rəng alınana qədər 1n qələvi məhlulu ilə titirləyirlər.

Emilqatorlu turşunun turşuluğunu (titrini) aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = \frac{a \cdot f \cdot 100}{q}$$

burada:

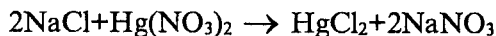
- X* - 10 qram analiz olunan turşunun neytrallaşmasına lazım olan 1n natrium hidroksid məhlulunun miqdarı, ml.  
*a* - titrləməyə sərf olunmuş 1n natrium hidroksid məhlulunun miqdarı, ml.  
*f* - 1n qələvi məhlulunun faktoru  
*q* - nümunənin çəkisi, qram

Analizə sərf olunan vaxt: 10÷15 dəqiqə.

Yol verilən xəta: 0,7ml / 10 qram.

### 5. Emilqator məhlulunda natrium xloridin təyini

Təyin olunan emilqator məhlulunu civə nitrat məhlulu ilə titrləməsindən ibarətdir, indiqator kimi difenilkarbazon ya difenilkarbazid-ən istifadə olunur. Reaksiya aşağıdakı tənliyə uyğun gedir.



#### 5.1. Təyin üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

- 200-250 ml həcmli konusvari kolbalar

- 100ml həcmli ölçü silindiri
- 0,1n civə nitrat məhlulu
- 1%-li difenilkarbazon yaxud difenilkarzidin spirtli məhlulu
- 0,1n nitrat turşusu məhlulu

### 5.2. Təyinatın gedişi

Texniki tərəzidə konusvari kolbada 5 qrama yaxın emilqator məhlulu (qızdırılmış) çəkib, 100 ml distillə suyu əlavə edib, nitrat turşusu məhlulu ilə titirləyirlər, 3-4 damcı indiqator əlavə edirlər. Nümunə çəkisi həll olduqdan sonra kolbanın içindəkini 0,1n civə nitrat məhlulu ilə rəngin sarıdan yasəmənə dəyişənə qədər titirləyirlər.

Hesabatı aşağıdakı düsturla aparırlar.

$$X = \frac{a \cdot f \cdot 0,00585 \cdot 100}{q} = \frac{a \cdot f \cdot 0,585}{q}$$

burada;

- $X$  - natrium xloridin miqdarı, çəki %-lə;
- $a$  - nümunə çəkisinin titirləməsinə sərf olunan 0,1n civə nitrat məhlulunun miqdarı, ml;
- $f$  - 0,1n civə nitrat məhlulunun faktoru;
- 0,00585 - dəqiq 0,1n civə nitrat məhlulunun 1 ml-nə ekvivalent olan natrium xloridin miqdarı (0,00746-KCl təyininə);
- $q$  - emilqator nümunəsinin çəkisi, qram;

Analizə sərf olunan vaxt: 15÷20 dəqiqə

Qeyd: Nekalın təyininə ayrılan putadakı duzların çöküntüsündən natrium xloridi təyin etmək olar.

## 6. Emilqator məhlulunda dəmirin təyini

Üsul nekalın mineral üsullarla parçalanmasına, butil spirtində ekstraksiya ilə yuxarı təbəqənin (orqanikanın) kənarlaşdırılmasına və su təbəqəsində dəmirin (Fe<sup>+++</sup>) kalorimetrik təyininə əsaslanır.

### 6.1. Təyin üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:

- 100-150 ml həcmli kimyəvi stəkanlar
- 10 və 50 ml həcmli ölçü silindirləri
- 75-100 ml həcmli ayırıcı qıf

- 100 ml həcmli ölçü kolbası
- 10 ml həcmli pipet
- Nitrat turşusu (xüsusi çəkisi 1,32 q/sm<sup>3</sup>)
- xlorid turşusu (xüsusi çəkisi 1,19 q/sm<sup>3</sup>)
- Butil spirti (113-120°C fraksiyası)
- 15% -li ammonium rodanid
- 1ml-nin tərkibində 0,0001 qram dəmir olan, dəmir ammonium zəyinin standart məhlulu

0,864 qram dəmir ammonium zəyini  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$  1 litr suda həll edirlər və 4 ml qatı sulfat turşusu ilə turşulaşdırıb, məhlulda olan dəmirin qatılığını çəki üsulu ilə təyin edirlər. Bu məhlulun 10ml-nə 100 ml qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar və tərkibində dəmirin miqdarı məlum olan məhlul alırlar ( $\approx 0,000001$  q/ml). Məhluldan yalnız hazırlanan gündə istifadə oluna bilər.

## 6.2. Təyinatın gedişi

Texniki tərəzidə stəkanda 5 qrama yaxın 60°C-yə qədər qızdırılmış emilqator nümunəsi çəkirlər, ona 10 ml xlorid turşusu, 1 ml nitrat turşusu və 10 ml distillə suyu əlavə edirlər. Stəkanın içindəkini 5 dəqiqə qaynadıb, soyudurlar. 10 ml butil spirti əlavə edib ayırıcı qıfa keçirirlər, 1 dəqiqə ərzində qarışdırırlar.

Tam təbəqələşdikdən sonra aşağıdakı su təbəqəsini 100 ml-lik ölçü kolbasına boşaldırlar, yuxarıdakı təbəqəni bir dəfə distillə suyu ilə yuyub, əsas məhlula əlavə edirlər. Kolbadakı məhlulu distillə suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırırlar və yaxşıca qarışdırırlar. 50 ml həcmli ölçü silindirinə pipet ilə 10 ml alınan məhluldan tökürlər, 10 ml ammonium rodanid, 10 ml butil spirti və 9 ml distillə suyu, 1ml xlorid turşusu, 2-3 damcı nitrat turşusu, 10 ml ammonium rodanid məhlulu əlavə edərək, tıxacla bağlayıb qarışdırırlar. Sonra büretdən hər iki silindirə rəngləri bərabərləşdirərək tərkibində dəmir olan standart məhlulu əlavə edirlər.

Dəmirin miqdarını, çəki %-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{a \cdot k \cdot 100 \cdot 10}{q}$$

Burada:

- a* - ikinci silindirdə əlavə olunmuş standart məhlulun miqdarı, ml;
- k* - 1ml standart məhlulun tərkibində olan dəmirin miqdarı, qram;

*q* - emilqator nümunəsinin çəkisi, qram;

Təyinə sərf olunan vaxt: 40÷45 dəqiqə

Yol verilən xəta: 1) 0,005% olduqda -0,001%

2) 0,005% artıq olduqda - 0,002%

### **6.3. Qeyd:**

Emilqator məhlulundan dəmiri közərtməklə ayırmaq olar. Bunun üçün 5 qram emilqator nümunəsini çini putada quruyana qədər qum hamamında buxarlandırırlar, qalığı tünd rəngə boyanmış zərrəciklər tam itənə kimi mufel sobasında közərdirlər, soyuduqdan sonra 3-4 ml xlorid turşusu və 1-2 ml nitrat turşusu əlavə edib, putanı qapaqla örtüb, çöküntü tam həll olana qədər su hamamında qızdırırlar. Bundan sonra məhlulu 100 ml-li ölçü kolbasına keçirib, distillə suyu ilə 100ml-ə qədər durulaşdırırlar, qarışdırırlar və yuxarıda göstərilən kimi dəmirin miqdarını kolometrik təyin edirlər (butil spirtini əlavə etməmək də olar).

## **7. Emilqator məhlulunda nekalın və duzların təyini**

Üsul nekalının butanolla çıxardılmasına və vakkum altında sonrakı qovulmasına əsaslanır; emilqator məhlulunda olan duzlar (natrium sulfat və natrium xlorid) butanolda həll olunurlar və süzülərək ayırırlar.

### **7.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar**

- 0,5 litr həcmli şüşə qab;
- Bir litr həcmli şüşə qablı ya kürəçikli soyuducu;
- Cihaz borusunun hər iki ucu aşağı əyilmiş və onlara şliflənmiş kolbalardan; yuxarı ucuna - 500ml, aşağı ucuna-150 ml həcmli (kolba qəbuledici), 0,5m uzunluğu olan soyuducu-dan ibarətdir; soyuducu borusunun ötürməsi nasosla birləşib;
- 1 litr həcmli Bunzen şüşə qab
- N2 vəN3 məsaməli şüşə dibli qif
- 250 ml həcmli ölçü kolbası
- 25 və 50 ml həcmli pipet
- 80-10 ml çini puta
- Təmiz butanol

## 7.2. Təyinatın gedişi

Analiz üçün nümunə götürülməmiş, əks soyuducu qoyulmuş kolbada yaxud şüşə qabda emilqator məhlulunu çöküntü tam həll olunana qədər su hamamında qızdırırlar.

0,01 qram dəqiqliklə çəkilmiş cihazın kolbasına (500 ml-li) 150÷200 ml butanol töküb yenidən çəkirlər. Sonra pipetka ilə 25 ml ilıq emilqator məhlulu əlavə edirlər, yenə də çəkib analiz üçün götürülmüş nümunənin çəkisini hesablayırlar. Kolbaya yenə 50÷100 ml butanol əlavə edib, qovma cihazına qoşurlar və su hamamının qızdırıcısını və su şırnaqlı nasosu işə salırlar. Bütün suyu və butanolun əsas kütləsini azetrop qarışıq halında qovurlar. Duzların çöküntüsü ilə qalan butanolu vakkum altında, tıxacına taxılmış məsaməli şüşə dibli qıfdan, quru Bunzen şüşə qabına süzülür. Kolbanı və qıfdakı çöküntünü butanolla yuyub, butanol filtratına əlavə edirlər. Kolbanın divarlarında qalan duzu distillə suyunda həll edib, çöküntü olan və qabaqcadan başqa Bunzen şüşə qabına qoyulmuş (su filtratı üçün) qıfa keçirirlər. Çöküntünü tam həll etmək üçün onu bir neçə dəfə distillə suyu ilə yuyurlar və filtratı eyni şüşə qaba yığırlar.

Sonra butanol filtratında nekalın miqdarını, su filtratında isə duzun miqdarını təyin edirlər.

Butanol filtratını yenidən qovucu kolbaya boşaldıb, cihaza qoşurlar və butanolu qovurlar. Bütün butanol qovulduqdan sonra çöküntü olan kolbanı cihazdan ayıraraq, Bunzen şüşə qab vasitəsi ilə onu su şırımlı nasosa qoşaraq, qaynar su hamamında vakuum altında 1 saat saxlayırlar. Sonra təqribən quru çöküntü ilə kolbanı 115÷120°C 1 saat quruducu şkafda saxlayırlar, soyudurlar və çəkirlər.

Nekalın miqdarını çəki %-lə (X) aşağıdakı düsturla hesablayır.

$$X = \frac{a \cdot 100}{q} \quad (1)$$

Burada;

- a* - kolbada çöküntünün miqdarı, qram;  
*q* - analiz olunan nümunənin çəkisi, qram;

Su filtratını şüşə qabdan 250ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər və 250 ml həcmə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar.

Texniki tərəzidə çəkilmiş çini putaya pipet ilə 50 ml alınan məhluldan töküb, 180-200°C qədər qızdırılmış quruducu şkafa qoşurlar. Bütün su buxarlandıqdan sonra çöküntü ilə putanı soyu-

durlar və 0,01 qram dəqiqliyi ilə çəkirlər və çöküntünün çəkisinə görə duzların miqdarını çəki %-lə ( $y$ ) aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$y = \frac{a \cdot 5 \cdot 100}{q} \quad (2)$$

burada;

- $a$  - çöküntünün çəkisi, qram;  
 $q$  - emilqator məhlulunun çəkisi, qram;

Təyinə sərf olunan vaxt: 4 saata yaxın olur.

Yol verilən xəta: nekal üçün-2%-ə qədər; duzlar üçün – 0,5% qədər olur.

### 7.3. Qeyd:

Texniki butanolla işlədikdə yoxlayıcı təcrübə aparılır. Yoxlayıcı təcrübə məhsulların təyində butanolda qovulmayanların miqdarını təyin etmək üçün aparılır və sonra onlara görə emilqator məhlulunun analizinə düzəliş verilir.

## 8. Emilqator məhlulunda və lateksdə sərbəst birləşmiş qələvinin təyini

Sərbəst və birləşmiş qələvini turşu məhlulu ilə titrləmə nəticəsində təyin edilir, belə ki, fenoftaleinin iştirakı ilə sərbəst və birləşmiş (karbonatlar) qələvinin cəmi titirlənir.

### 8.1. Təyin üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

- 250-300 ml həcmli konusvari kolba
- 10 və 50 ml həcmli pipetlər
- 0,1 n sulfat və xlorid turşusu
- 1%-li fenoftaleinin spirtli məhlulu və 0,1%-li metiloranj məhlulu.

### 8.2. Təyinatın gedişi

Konusvari kolbaya lazım olan miqdarda nümunəni daxil edirlər (emilqator məhlulunun analizində -10 ml, lateks analizində -100ml), bir neçə damcı fenoftalein əlavə edərək rəng itənə qədər 0,1n turşu məhlulu ilə titrləyirlər. İndikatoru damcı-damcı əlavə edərək titrləmənin sonunu təyin edirlər: əgər damcı düşdüyü yerdə çəhrayı rəng alınmırsa, titrləməni qurtarılmış hesab etmək olar.



Sonra məhlulə 2-3 damcı metiloranj məhlulu əlavə edirlər və eyni turşu məhlulu ilə çəhrayı rəng alınana kimi titrləməni davam etdirirlər. İndiqator damcısı düşdüyü yerdə çəhrayı rəng alındıqda, titrləməni qurtarırlar.

Emilqator məhlulunda sərbəst qələvinin miqdarını fenolftaleinin iştirakı ilə 10 ml məhsulun titrləməsinə sərf olunan dəqiq 0,1n turşu məhlulunun miqdarı ilə ifadə edirlər, birləşmiş qələvini isə metiloranjin iştirakı ilə titrləməyə sərf olunmuş turşunun miqdarı ilə ifadə edirlər.

Lateksdə sərbəst qələvinin miqdarı fenolftaleinin iştirakı ilə 100 ml yaxud lateksin titrləməsinə sərf olunan dəqiq 0,1n turşu məhlulunun miqdarı ilə və ümumi qələvinin (sərbəst və birləşmiş) miqdarı fenolftalein və metiloranjin iştirakı ilə titrləməyə sərf olunan dəqiq 0,1n turşu məhlulunun miqdarı ilə xarakterizə edilir.

Təyinə sərf olunan vaxt -10 dəqiqə olur.

## **9. Paratoluidinin iştirakı ilə nekalinin təyini**

Üsul dibutilnaftalinsulfoturşunun natrium duzunun xlorid turşulu paratoluidinlə qarşılıqlı təsirinə əsaslanır. Bunun nəticəsində alınan məhsul (aminosulfon turşunun duzu) dördxlörlü karbonla çıxardılır və krezol-rotun (indiqator) iştirakı ilə natrium hidroksid məhlulu ilə titirlənir.

### **9.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:**

- 200-250 ml həcmli ayırıcı qıf
- 25 və 50 ml həcmli ölçü kolbaları
- 15 ml həcmli bükslər
- Etil spirti, rektifikat
- Dördxlörlü karbon
- 3% -li xloridturşulu paratoluidinin sulu məhlulu
- 0,1n natrium hidroksid məhlulu
- 1%-li krezol-rotun 20% -li spirtli məhlulu

### **9.2. Təyinatın gedişi**

Bir qədər nekalı büksə yerləşdirirlər və həmin büksə şüşə çubuğu (əgər nekal özlülüdürsə) ya borucuğu (əgər nekalın durudursa) qoyub onları birgə analitik tərəzidə çəkirlər. Sonra nekalın bir

hissəsini (2,0 qram) ayırıcı qıfa keçirirlər və büksü yenidən çəkirlər. 1-ci və 2-ci çəkirlər arasında fərqi görə nekalının çəkisini hesablayırlar. Sonra ayırıcı qıfa 50 ml 3%-li xlorid turşulu paratoluidin məhlulu və 25 ml dördxlorlu karbon əlavə edib, qıfı tıxacla bağlayırlar. Nekalını tam həll etmək üçün 5 dəqiqə çalxalayırırlar. Təbəqələşdikdən sonra (1-2 dəqiqə), aşağıdakı təbəqəni içində 50 ml etil spirti olan konusvari kolbaya boşaldırlar. Təkrar ekstraksiyanı dörd xlorlu karbonun yeni hissəsini (25ml) eyni ilə aparırırlar və aşağı təbəqəni kolbaya boşaldırlar.

Kolbanın içindəkini 1-2 damcı krezol-rot məhlulu əlavə etməklə 0,1n qələvi məhlulu ilə zəif yasəmən rəngi əmələ gələne kimi titirləyirlər.

Hesabatı aşağıdakı düsturla aparırırlar:

$$X = \frac{a \cdot f \cdot 0,0342 \cdot 100}{q} = \frac{a \cdot f \cdot 3,42}{q}$$

Burada:

- X* - dibutilnaftalinsulfanatrium duzunun miqdarı, çəki %-i;  
*a* - titirləməyə sərf olunan 1n natrium hidroksid məhlulunun miqdarı, ml;  
*f* - 0,1n natrium hidroksidin faktoru;  
0,0342 - 0,1n qələvi məhlulunun 1 ml-nə uyğun olan dibutilnaftalinsulfanatrium duzunun miqdarı, qramla;  
*q* - nekalının çəkisi, qramla.

Təyinə sərf olunan vaxt: 30 dəqiqə olur.

Yol verilən xəta: 0,5%.

### 9.3. Qeyd:

1. Xlorid turşulu paratoluidini, efridə doymuş paratoluidin məhluluna qatı xlorid turşusu əlavə etməklə hazırlayırlar. Bunun üçün 200-250 ml həcmli kimyəvi stəkana 20 qram paratoluidin çəkirlər və üzərinə doymuş məhlul alınana qədər etil efiri əlavə edirlər. Məhlulla stəkani buzlu suya qoyurlar və damcı-damcı qatı xlorid turşusu əlavə edirlər, bu zaman stəkanda çöküntü əmələ gəlir.

Çökmənin sona çatmasını damcı nümunəsi ilə yoxlayırlar. Şüşənin üzərinə bir damcı efir məhlulu və bir damcı turşu tökürlər, əgər çöküntü əmələ gəlməyirsə reaksiyanı sona çatmış hesab etmək olar.

Sonra stəkanın içindəkini Büxner qıfına keçirirlər, 2-3 dəfə efirlə yuyub, havada qurudurlar.

2. Hazırlanmış 3%-li xlorid turşulu paratoluidin məhlulunun turşuluğunu yoxlayıcı təcrübə aparmaqla təyin edirlər. Bunun üçün süzülmiş məhlulun 50 ml-ni ayırıcı qıfa tökürlər və 25 ml dördxlorlu karbon əlavə edirlər və 2-3 dəqiqə çalxalayır. Təbəqələşdikdən sonra aşağı təbəqəni içində 50 ml spirt olan konusvari kolbaya boşaldırlar və krezol-rotun iştirakı ilə 0,1 qələvi məhlulu ilə titirləyirlər. Titirləməyə sərf olunan qələvinin miqdarı analizdə nekalının miqdarını hesablanmasında düzəliş kimi nəzərə alınmalıdır.

## 10. Divinil psevdobutilen qarışıqlarında qalığın təyini

Təyinat məhsulun yüngül qaynayan hissəsinin (divinilin və psevdobutilenin) buxarlanmasından və qalığın 20°C- də çəkilməsindən ibarətdir.

### 10.1. Təyinata lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

1. Dibi uzadılmış qab 20 ml həcmli sınaq şüşəsi görünlü 100 ml-ə dərəcələnməmiş: enli hissənin dərəcə qiyməti 5-10ml, ensiz hissəni isə 0,2ml.

2. Hündürlüyü 20-22 sm batareyalı stəkan.

Təmiz quru qaba bir neçə kiçik ölçülü məsaməli material (ölçüləri 1mm<sup>3</sup>) qoyub, tıxacla bağlayırlar və -13; -15°C qədər soyudurlar. Sonra sifon vasitəsi ilə yuxarıdakı cizgiyə qədər (100ml) analiz olunan nümunəni tökürlər və həcmi ölçərkən soyuducu qarışığın temperaturunu qeyd edirlər. Sonra qabı soyuducu qarışığından çıxarıb, içinə buzlu su qarışığı tökülmüş batareyalı stəkana qoyurlar (0°C), soyuducu qarışığın səviyyəsi qabda olan nümunənin səviyyəsindən yuxarı olmalıdır.

Yüngül qaynayan maddələrin əsas hissəsi tez buxarlanır. Tədricən hamamın temperaturunu +20°C çatdırırlar və bu temperaturda qaynama qurtardıqdan sonra, 5 dəqiqə saxlayırlar və sonra çöküntü ilə qabı analiz üçün nümunə həcmi götürərkən temperatur eyni olan soyuducu qarışığına keçirirlər. 10 dəqiqədən sonra qalığın həcmi ölçürlər.

Təyinə sərf olunan vaxt: 1 saat olur.

Yol verilən xəta: 1. 1%-ə qədər olduqda 0,1%.

2. 1÷2%-ə qədər olduqda 0,2%

3. 2%-dən yuxarı olduqda 0,4%

### **11. Divinil və psevdobutilendə az miqdarda olan misin təyini**

Üsul mis duzlarının natrium-dietilditiokarbamatın sulu məhlulu ilə qarşılıqlı təsirindən sarı rəngin alınmasına əsaslanır. Alınan rəngin intensivliyi tərkibində müəyyən qədər mis olan standart məhlulun rəngi ilə müqayisə olunur.

#### **11.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:**

1. Təzyiqlə yoxlanılmış, kranlı tıxacla bağlı və üzərində 100ml həcmə uyğun nişanı olan 250-300ml həcmli butulka yaxud şüşə qab

2. Qalın parçadan kisa

3. 100 ml həcmli ölçü silindiri və 10 ml həcmli pipetka

4. Ayırıcı qıflar (2 ədəd)

5. 10-20 ml həcmli Qener kolorimetrik silindirləri (2 ədəd)

6. Qatı sulfat turşusu

7. 10 % ammoniyak məhlulu

8. İzoamil spirti

9. 0,1 %-li natriumdietilditiokarbamat məhlulu

10. Missulfatın standart məhlulu, 1 ml –də misin miqdarı 0,1mq 0,3928 qram  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1 litrlik ölçü kolbasında distillə suyu ilə həll edib, həcmi 1 litrə çatdırırlar, məhlulu ayda 1 dəfə hazırlayırlar. Kalorimetrlə ölçmək üçün məhlulu 10 dəfə durulaşdırırlar (tərkibində 0,02 mq/ml mis) və bu məhluldan 3-4 gün istifadə oluna bilər.

#### **11.2. Natriumdietilditikarbamatın hazırlanması**

0,5 litr həcmli yumrudibli kolbaya 20 qram tiuram «E», 30 ml benzol və 200 ml 10 %-li natrium hidrokسيد məhlulu töküb, qarışdırıcı taxılmış soyuducuya birləşdirirlər. 8 saat ərzində qarışdıraraq qarışığı qaynayan su hamamında qızdırırlar. Vaxt başa çatdıqdan sonra, kolbanın içindəkini ayırıcı qıfa boşaldırlar, aşağı təbəqəni yenidən yumrudibli kolbaya süzüb, kran taxılmış tıxacla bağlayırlar. Kolbanı kran vasitəsi ilə su şırnaqlı nasosa birləşdirib qaynayan su hamamında qızdıraraq bütün suyu qovurlar. Alınan duzu az miqdarda isti suda 2-3 dəfə yenidən kristallaşdırırlar və vakuum-eksikatorunda qurudurlar.

### 11.3. Təyinatın gedişi

Butulkaya soyudulmuş butulkaya sifon vasitəsi ilə 100 ml (cizgiyə qədər)  $-15^{\circ}\text{C}$  qədər soyudulmuş karbohidrogen nümunəsi götürürlər. Butulkaya dərhal əvvəlcədən ölçülmüş və  $2-4^{\circ}\text{C}$  qədər soyudulmuş distillə suyu əlavə edirlər və kranlı tıxacla kip bağlayırlar (daxil olan su donmur).

Butulkayı kisəyə yerləşdirib, 3 dəqiqə saxlayırlar, kranı azca açaraq karbohidrogen buxarlarının təzyiqini azaldırlar, butulkayı çevirirlər və aşağıdakı su təbəqəsini ayırıcı qıfa süzülür. Butulkada qalan karbohidrogenlərə 5 ml su əlavə edirlər, tıxacla bağlayıb, bir dəqiqə qarışdırırlar və təzyiqi azaldandan sonra su təbəqəsini ayırıcı qıfa boşaldırlar.

Qıfda olan su təbəqəsinə pipet ilə 3 ml 10%-li ammonyak məhlulu əlavə edirlər, sonra qıfa  $1:1,5$  ml natriumdietilditi-karbamat məhlulu əlavə edib çalxalayrlar: mis olduqda məhlul sarı rəngə boyanır. Bu halda qıfa büretkadan 30 ml izoamil spirti əlavə edib, kolbanın içindəkini 3 dəqiqə çalxalayıb, təbəqələşmə üçün saxlayırlar. Sonra aşağı təbəqəni süzülür, boyanmış yuxarı təbəqənin 10 və ya 20ml-ni Qener silindirinə keçirib standart məhlulun rəngi ilə müqayisə edirlər, bu iki silindirləri rənglər eyni olana qədər, axırından məhlulu boşaldırlar və silindirdə qalan standart məhlulun həcmi ölçürlər. Kalorimetrləşmə üçün tərkibində müəyyən miqdarda mis olan standart məhlulu tədqiq olunan məhlulla eyni zamanda hazırlayırlar. Bunun üçün qıfa pipet ya mikrobüret ilə 5 ml duruldulmuş mis məhlulu ( $0,01 \text{ mq/ml}$ ) və 10 ml distillə suyu töküüb, sonra yuxarıda göstərilən tədqiq olunan su məhlulunda olduğu kimi davam edirlər.

Misin miqdarını çəki % (X) aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = \frac{H_1 \cdot C \cdot 100}{H_2 \cdot q}$$

Burada:

- $C$  - standart məhlulun götürülmüş həcmində misin miqdarı, qram;
- $H_1$  - standart məhlulun sütununun hündürlüyü, ml;
- $H_2$  - tədqiq olunan məhlulun sütununun hündürlüyü, ml;
- $q$  - bütün karbohidrogenlərin çəkisi, 100-ü məhsulun xüsusi çəkisinə vuraraq hesablanır, qram.

Təyinə sərf olunan vaxt: 20-30 dəqiqə olur.  
Yol verilən xəta: 0,00002% təşkil edir.

**11.4. Qeyd:** Karbohidrogenləri su ilə çalxalayaraq və aşağı təbəqəni ayıraraq, eynək taxmaq lazımdır, şüşə qabı mütləq kisəyə yaxud metallik tora yerləşdirmək lazımdır.

## 12. Divinilin tərkibində ammoniyakın təyini

Üsul-ammonyakın, qapalı sistemdə divinillə qarışdırılmış, sulfat turşusu məhlulu ilə qarşılıqlı təsirinə əsaslanır:  
Sulfat turşusunun artığı titirləmə ilə təyin olunur.

### 12.1. Təyin üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

- 150 ml həcmli içərisində şüşə boru salınmış tıxacla bağlı (borunun bir ucu tıxacın altından 10-15 sm sıxıcı tıxacın üstündəki o boru ucuna yivli sıxacla qalın rezin boru keçirilib) ağ rəngli şüşə qab.
- 0,1n sulfat turşusu və qələvi məhlulu
- Qarışıq indikator (metiloranj indikatorunun)

### 12.2. Təyinatın gedişi

Təmiz şüşə qaba büretdən dəqiq 30 ml 0,1n sulfat turşusu məhlulu töküüb, borulu və sıxaqlı rezin tıxacla kip bağlayırlar və tıxacı simlə bərkidirlər. Su şırımlı nasos vasitəsi ilə qabda vakuum yaradırlar, sonar borudakı sıxacı bağlayıb, qabı nasosdan ayırırlar. Rezin borunun ucunu şüşə tıxacla bağlayıb, qabı 0,1 qram dəqiqliyi ilə texniki tərəzidə çəkirlər. Sonra qabı soyuducu qarışıqğa (buz+duz) yerləşdirib onu soyudurlar (donmamaq şərti ilə).

Nümunəni götürməzdən əvvəl birləşdirici rezin borunu divinillə yuyub, soyuducu qarışıqdan çıxarmayaraq dərhal qabı birləşdirirlər. Sıxacı açıb qaba 10-15 qram divinil nümunəsi yığırlar, sıxacı bağlayırlar və qabı nümunə götürülən yerdən ayırırlar, rezin borunun ucunu yeni şüşə tıxacla bağlayırlar. Nümunəni götürdükdən sonra, qabı soyuducu qarışıqdan çıxarırlar, quruyana qədər silirlər və tərəzidə çəkirlər.

Qabı dəsmalla sarıyıb 3-5 dəqiqə çalxalayırırlar, sorucu şkafa qoyub, sıxacı azca açaraq divinili buxarlandırırlar. Divinil tam xaric

olduqdan sonra qabın içindəkini qarışıq indiqatorun iştirakı ilə 0,1n qələvi məhlulu ilə yaşıl rəng alınana qədər titirləyirlər.

Ammonyakın miqdarını çəki %-lə (X) aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = \frac{(a \cdot f_1 - b \cdot f_2) \cdot 0,0017 \cdot 100}{q} = \frac{(a \cdot f_1 - b \cdot f_2) \cdot 0,17}{q}$$

Burada:

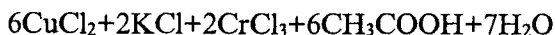
- $a$  - təyin üçün götürülmüş 0,1n sulfat turşusunun miqdarı, ml;
- $f_1$  - sulfat turşusunun faktoru;
- $b$  - turşu artıqlığının titirləməsinə sərf olunan 0,1n qələvi məhlulun miqdarı, ml;
- $f_2$  - 0,1n qələvi məhlulun faktoru;
- 0,0017 - 0,1n qələvinin dəqiq 1 ml-nə uyğun olan ammonyakın miqdarı, qram;
- $q$  - divinil nümunəsinin çəkisi, qram;

Təyinə sərf olunan vaxt: 20÷25 dəqiqə olur.

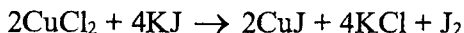
Yol verilən xəta: 0,003 % təşkil edir.

### 13. Mis ammonyak məhlulunda aşağı valentli mis oksidinin və ümumi misin təyini

Təyinat aşağı valentli mis oksidin kalium bixromatın oksidləşmə təsirindən mis oksidə çevrilməsinə əsaslanır:



Ümumi misin təyini (aşağı valentli mis oksidin, mis oksidə keçdikdən sonra) mis oksidin kalium yodla qarşılıqlı təsirinə əsaslanır.



Ayrılan yod hiposulfit məhlulu ilə titirləmədə təyin olunur. Mis oksidin miqdarı ümumi və aşağı valentli mis oksidin fərqi kimi hesablanır.

### 13.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:

1. 250 ml həcmli ölçü kolbası
2. 25,50 ml həcmli ölçü silindrləri
3. 10,50 ml həcmli pipetlər
4. 1 ml həcmli 2 kranlı nümunə götürücüsü
5. Karbonat turşusu yaxud azot (balondan)
6. 1n xlorid turşusu məhlulu
7. 0,1n kaliumbixromat məhlulu
8. 0,1n hiposulfit məhlulu
9. Difenilamin məhlulu (1 qram difenilamini 54 ml qatı sulfat turşusunda həll edirlər, xüsusi çəkisi 1,84)
10. 10 % kalium yod məhlulu
11. 0,5% nişasta məhlulu

### 13.2. Təyinatın gedişi

Konusvari kolbaya silindrlə 50 ml 1n xlorid turşusu məhlulu töküb, 3-4 damcı fenilamin məhlulu əlavə edirlər, qarışdırırlar və kolbanı karbonat turşusu yaxud azotla üfürürlər. Təmiz, quru və əvvəlcədən təsirsiz qazlarla üfürülmüş nümunə götürülür, mis-ammonyak məhlulu ilə doldururlar (2-ci kranı çıxarıb qədər) və götürülən nümunəni hazırlanmış kolbaya keçirirlər və nümunə götürəni su ilə yuyurlar (2-ci kranı ötürməsinə birləşərək qıfın vasitəsi ilə). Kolbanın içindəkini cəld göy-bənövşəyi rəng alınana qədər 0,1n kalium bixromat məhlulu ilə titrləyirlər.

Titrləmənin axırında hər damcını əlavə etdikdə 1-2 saniyə gözləmək lazımdır.

Ümumi mis təyin etmək üçün kalium bixromat məhlulu ilə titrlədikdən sonra 10 ml kalium yod məhlulu əlavə edib, ayrılan yod rəng zəiflənənə qədər 0,1n hiposulfit məhlulu ilə titrləyirlər, sonra nişasta məhlulu əlavə boz rəng alınana qədər titrləməni davam etdirirlər.

Aşağı valentli mis oksidin miqdarını  $q/\ell(X)$  yaxud  $q \text{ mol}/\ell (X_1)$  aşağıdakı formulalarla təyin edirlər:

$$X = \frac{a \cdot f \cdot 0,00636 \cdot 1000}{y} = \frac{a \cdot f \cdot 6,36}{y}$$

$$X_1 = \frac{a \cdot f}{y \cdot 10}$$



Burada:

- $a$  - titrləməyə sərf olunan 0,1n kalium bixromat məhlulunun miqdarı, ml;  
 $f$  - 0,1N kalium bixromat məhlulunun faktoru;  
0,00636 - 0,1n kalium bixromat məhlulunun 1 ml-lə uyğun misin miqdarı, qram;  
 $y$  - analiz üçün götürülmüş məhsulun miqdarı, ml (nümunə götürücünün həcmi);

Ümumi misin miqdarını q/l ( $y$ ) yaxud q mol/l ( $y_1$ ) aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$y = \frac{b \cdot f \cdot 6,36}{y}; y_1 = \frac{b \cdot f}{y \cdot 10}$$

burada:

- $b$  - titrləməyə sərf olunmuş 0,1n hiposulfın məhlulunun miqdarı, ml;  
 $f$  - 0,1n hiposulfit məhlulunun faktoru;  
 $y$  - analiz üçün götürülmüş məhsulun miqdarı, ml (nümunə götürücünün həcmi).

Mis oksidin miqdarını q/l ( $C$ ) yaxud q mol/l ( $C_1$ ) aşağıdakı ifadə ilə hesablayırlar:  $C = X - y$ ;  $C_1 = X_1 - y_1$

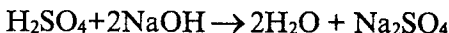
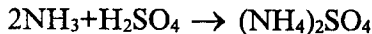
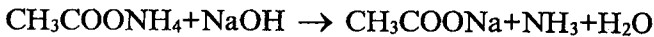
Təyinə sərf olunan vaxt: 15÷20 dəqiqə.

Yol verilən xəta: 0,05 q mol/l.

**13.3. Qeyd:** Nümunə götürülənin həcmi (2-ci kran cizgiyə qədər) suyun yaxud civənin çəkisi ilə təyin edirlər.

#### 14. Mis-ammonium məhlulunda ammoniyakın təyini

Mis-ammonyak məhlulunda ammoniyakın təyini ammoniyakın onun duzlarının sıxışdırıb çıxarmasına, su ilə qovmasına, turşu ilə birləşməsinə və axırının artıqlığının titirlənməsinə əsaslanır.



### 14.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:

1. Aşağıdakı hissələrdən ibarət olan cihaz.
  - a) İçinə kranlı qıf və Kyendal başlığı taxılmış tıxaclı 0,5 litr həcmli yumrudibli kolba yaxud eyni həcmli içinə damcılı qıf taxılmış ötürmə borulu (Vürts) kolba.
  - b) Borulu (Libix) soyuducusu;
  - ç) allonj kimi istifadə olunan kürə şəkilli genəldilməsi olan və ucu uzun əyri boru;
  - q) 250 ml həcmli konusvari kolba-qəbuledici
2. Həcmi 2-3 ml olan kranlı nümunə götürücü
3. 100 ; 200 və 250 ml ölçü silindirləri
4. 40 % qələvi məhlulu
5. 0,1n sulfat turşusu və qələvi məhulları
6. 0,1 %-li metiloranj məhlulu

### 14.2. Təyinatın gedişi

Konusvari kolbaya (qəbulediciyə) büretdən 60 ml 1n sulfat turşusu məhlulu töküb, ucu məhlulda olmaq şərti ilə alonjin altına yerləşdirirlər. Yumrudibli kolbaya yaxud Vürts kolbasına qəbuledici ilə müəyyən miqdarda analiz olunan mis-ammonyak məhlulu daxil edirlər, 100 ml su və bir neçə parça məsaməli material əlavə edib, içinə qıf taxılmış tıxacla kip bağlayıb soyuducuya birləşdirirlər. Qıf vasitəsi ilə kolbaya 50 ml qələvi məhlulu və 200 ml su töküb, içindəkini qaynadırlar. Ayrılan ammonyak buxarı qəbuledicidə sulfat turşusu ilə udulur. Qovulma başladıqdan sonra alonjin ucu suyun səthində olana qədər qəbuledicini aşağı salırlar. Kolbadakı həcm yarıya çatana kimi, qovmanı saxlayırlar.

Qovulmanın tam qurtarmasını saat şüşəsinə bir neçə damcı qovulan mayeni götürüb fenolftalein əlavə etməklə yoxlayırlar, rəngin alınmaması qovmanın tam başa çatdığını göstərir.

Sonra qəbuledicinin içindəkini metiloranjin iştirakı ilə rəngin çəhrayıdan sarıya keçənə kimi 1n qələvi məhlulu ilə titirləyirlər.

Hesabatı aşağıdakı düsturla aparırlar:

$$X = \frac{(a \cdot f_1 - b \cdot f_2) \cdot 0,017 \cdot 1000}{y} = \frac{(a \cdot f_1 - b \cdot f_2) \cdot 17}{y};$$
$$X_1 = \frac{a \cdot f_1 - b \cdot f_2}{y}$$

Burada:

- $X$  - ammonyakın miqdarı, q/l;  
 $X_1$  - ammonyakın miqdarı, q-mol/l;  
 $A$  - analizə götürülən 1n sulfat turşusunun miqdarı, ml;  
 $f_1$  - 1n sulfat turşusunun faktoru;  
 $b$  - titrləməyə sərf olunan 1n qələvi məhlulun miqdarı, ml;  
 $f_2$  - 1n qələvi məhlulun faktoru;  
0,017 - 0,1n turşu məhlulun 1ml-ə uyğun olan ammonyakın miqdarı, q;  
 $y$  - analiz üçün götürülən məhsulun həcmi (nümunə götürücünün həcmi) ml

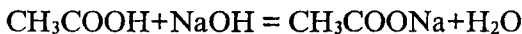
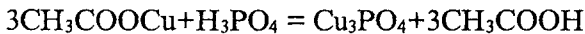
Təyinatə sərf olunan vaxt: 1,5÷2 saat

Yol verilən xəta: 0,3 q-mol/l;

### 15. Mis-ammonyak məhlulunda asetat (sirkə) turşusunun təyini

Təyinat asetat turşusunun onun duzlarından sıxışdırılıb çıxarılmasına, onun su ilə qovulmasına və qələvi ilə titrləməsinə əsaslanır.

Reaksiya bu tənliklə gedir:



#### 15.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:

- Misammonyak məhlulunda ammonyakı təyin edən cihaz
- 100 ml həcmli ölçü silindiri
- Kranlı 3-4 ml həcmli nümunə götürücü
- Fosfat turşusu, xüsusi çəki 1,1q/sm<sup>3</sup> ( 17 %-li)
- 1n qələvi məhlulu
- 1 %-li fenoltaleinin spirtlə məhlulu

#### 15.2. Təyinatın gedişi:

0,5litr həcmli konusvari kolbaya qəbulediciyə 50 ml distillə suyu töküb, ucu məhlulda olmaq şərti ilə alonjun altına yerləşdirirlər. Yumrudibli kolbaya yaxud Vürts kolbasına nümunəgötürücü ilə 3-4 ml misammonyak məhlulu daxil edib, onu distillə suyu ilə yuyurlar, bir neçə parça məsaməli material yaxud kapilyarlar

əlavə edərək kolbanı cihaza birləşdirirlər. Sonra damcılı qıfdan 100 ml durulmuş fosfat turşusu (17 %-li) əlavə edib, qaynayana qədər qızdırırlar. Kolbanı mayenin qaynaması dayanana kimi qovmanı davam etdirirlər (kolbada yalnız su qalır). Soyuduqdan sonra kolbaya qıf vasitəsi ilə yenə 50 ml su əlavə edərək qovmanı təkrar aparırlar və eyni qəbulediciyə yığırlar.

Su ilə qovulan turşunu fenolftaleinin iştirakı ilə 1n qələvi məhlulu ilə çəhrayı rəng alınana qədər titirləyirlər.

Hesabat aşağıdakı düsturla aparırlar:

$$X = \frac{a \cdot f}{y}$$

Burada:

*X* - asetat turşusunun miqdarı, q-mol/l;

*a* - titirləməyə sərf olunan 1n qələvi məhlulun miqdarı, ml;

*f* - 1n qələvi məhlulun faktoru;

*y* - analiz üçün götürülən məhsulun miqdarı, ml (nümunə götürüsünün həcmi).

Təyinatə sərf olunan vaxt: 2÷2,5 saat

Yol verilən xəta: 0,2 q-mol/l

## 16. Divinil - reaktivatda malein anhidridin qarşılıqlı təsiri ilə divinilin təyini

Təyinat müəyyən olunmuş miqdarda maye divinil – rektivatın qazometrə buxarlanmasından, hava ilə onun durulaşdırılmasından və alınan qazdan divinilin malein anhidridi ilə udulmasından ibarətdir.

Tapılan həcmi faiz, çəki faizindən azca fərqlənir, elə ki, divinil rektivatda olan qarışıqların orta molekulyar çəkisi divinilin molekulyar çəkisinə yaxındır.

Divinil-reaktivatın tərkibindəki psevdobutilen malein anhidridində yaxşı həll olunmasını nəzərə alaraq, buxarlanmış divinili 2-3 dəfə hava ilə durulaşdırırlar.

### 16.1. Təyinat üçün lazım olanlar:

- 1,0 ÷ 1,2 litr həcmli 2÷5ml dərəcəlanmış, NaCl doymuş məhlulu ilə doldurulmuş silindrik qazometr.

- Geniş hissənin həcmi 1,5÷1,7 ml olan və ona lehirlənib yapışdırılmış uzunluğu 25÷35 sm olan kapilyar borulu pipet.

### 16.2. Təyinatın gedişi

Qazometrə 400÷600ml hava yığıb və 5 dəqiqədən sonra 2 ml dəqiqliyi ilə götürülmüş həcmi ölçürlər.

Rezin boru keçirilmiş qazometrin yuxarı çıxıntısını (krandan yuxarı) kapilyar vasitəsi ilə doymuş duz məhlulu ilə doldururlar.

-170÷-20°C dərəcəyə qədər soyudulmuş divinil-rektifikat olan butulkaya yuxarı ucu açıq vəziyyətdə olan quru pipet salırlar. Sonra pipetin yuxarı ucunu şüşə tıxac taxılmış rezin boru ilə bağlayıb, butulkadan çıxarırlar və cəld rezin borunu qazometrə birləşdirirlər, qazometrin kranını açıb divinili buxarlandırırlar.

Divinil buxarlandıqdan sonra, pipeti əllə qızdırırlar və qazometrin kranını bağlayırlar. Təzyiq yaradan şüşə qabdakı və qazometrəki məhlulu eyni səviyyəyə gətirib, təzyiq qabı ilə qazometri birləşdirən rezin borunu sıxacla bağlayırlar, qazometri  $\frac{1}{2}$ , 1 dəqiqə saxlayırlar. 10 dəqiqədən sonra sıxacı açaraq, həcmi 2 ml dəqiqliyi ilə ölçürlər.

Alınan qazda divinilin miqdarını malein anhidridi ilə Mixalev cihazında təyin edirlər.

Hesabatı aşağıdakı düsturla aparırlar:

$$X = \frac{a \cdot V}{V_1}$$

Burada:

- $X$  - tədqiq olunan divinil-rektifikatda divinilin miqdarı (həcmi %);  
 $a$  - qazda divinilin miqdarı (həcmi %);  
 $V$  - qazometrə olan qazın ümumi həcmi;  
 $V_1$  - qazometrə buxarlandırılmış divinilin həcmi, qazın ümumi həcmindən və götürülən havanın həcmindən fərqi kimi hesablanır

Təyinə sərf olunan vaxt: 30÷35 dəqiqə olur.

Yol verilən xəta: 0,8 % təşkil edir.

**16.3. Qeyd: 1.** Qazometrin dərəcələnməsi dəqiq yoxlanılmalıdır, kənara çıxmalar qazometrin pasportunda qeyd olunmalıdır və qazın ölçülməsində nəzərə alınmalıdır.

2.Xörək duzunun doymuş məhlulunu hava ilə durulaşdırılmış buxarlanmış divinil-rektifikatla doyuzdururlar.

## 17. Xristiansena görə divinil-rektifikatda qalğın təyini

Təyinat divinil-rektifikatda 30°C dən aşağı qaynayan komponentlərin (o cümlədən psevdobutilenin) qovmasından və qalan qalğın, yəni divinil-rektifikatda yuxarı qaynayan qatışıqların, həcmnin ölçülməsindən ibarətdir.

Təyinatı muftalı kalonkadan, soyuducudan, termometrdən, manometrdən, adi krandan, üç hərəkətli krandan, qabarciq sayğacından, qovucu kubdan, nümunə götürücüdən ibarət olan cihazın köməyi ilə aparırlar.

### 17.1. Təyinatın gedişi

Quru və təmiz nümunə götürücünü çıxıntılara qədər temperaturu -15°C - dən aşağı olan soyuducu qarışıqdan salırlar. Butulkadan soyudulmuş divinili sifonla dirsək vasitəsi ilə nümunə götürücüsünün yuxarı daralmış hissəsinə qədər tökürlə. Çıxıntıları şüşə tıxaclı rezin borular ilə bağlayırlar.

Yuyulmuş və qurudulmuş qovucunun kubunu rezin boru ilə kalonkaya birləşdirirlər. Sonra kalonkanın soyuducusuna soyuq qarışığı doldururlar və soyuducuda temperatur -10°C-dən aşağı olduqda kran açılır və kranı  $\perp$  vəziyyətə qoyurlar. İçində divinil olan nümunə götürücünü soyuducu qarışıqdan çıxarıb cəld onun geniş dirsəyini qovucu kubun borusu ilə birləşdirirlər.

Qovucu kubu soyuducu qarışığa, nümunə götürücünün aşağı hissəsini isə otaq temperaturunda su olan stəkana salırlar. Kran  $\perp$  vəziyyətə qoyurlar. Divinil buxarı nümunə götürücüdən qovucu kuba və kalonkaya keçir, onlarda təzyiq yaradır və fleqma əmələ gətirir. Kubda az miqdarda maye yığıldıqda, onu soyuducu qarışıqdan çıxarırlar. Əgər soyuducuda temperatur -12°; -14°C - dirsə, onda təzyiqin 100 mm atmosfer təzyiqdən yuxarı olması kalonkada fleqmanın əmələ gəlməsinə kifayətdir. Soyuducuda temperatur yüksəldikcə təzyiq də uyğun olaraq, artmalıdır, məsələn; -10°C-də 150 mm; -8°C- də 300 mm-dir.

Kolbanın aşağı hissəsində fleqma alındıqda, kran yavaş-yavaş açılır ki, sayğacından qabarcıqlar ayrı-ayrı, sıx-sıx keçsin və kuba fleqma bir ölçüdə tökülsün.

Bütün divinil nümunə götürücüdən kuba keçəndən sonra, nümunə götürücüsünü ayırırlar və kubun çıxıntısını şüşə tıxacla rezin boru ilə bağlayırlar. Əgər kran tam açıq olduqda, qabarcıqların qabarcıq sayğacından keçməsi ləngiyirsə, kubu 40°C-yə qədər qızdırılmış suya yerləşdirirlər, soyuducudan isə buz çıxarıb +5°C su əlavə edirlər.

Geniş hissədən maye tam qovulduqdan və sayğacdan qabarcıqların keçməsi qurtardıqdan sonra kranı bağlayırlar, 2-ci kranı isə  $\perp$  vəziyyətdə qoyurlar. Qovucu kubu -15°C-dən aşağı olan soyuducu qarışığına yerləşdirirlər. Bu zaman sistemdə vakuumu yaranır və qalıqın miqdarından asılı olaraq, o 200÷400 mm həddində olmalıdır.

3 dəqiqədən sonra kranı açaraq vakuumu manometrlə ölçürlər. Vakuum 200÷400 m m-dən az olduqda, hermetiklik pozulduğuna görə analizin düzgün olmadığını hesab edirlər.

Cihazın hermetikliyinə əmin olduqdan sonra, 2-ci kranı  $\perp$  vəziyyətdə qoyub, normal təzyiqə qədər kalonkaya daxil etmək üçün birinci kran açılırlar.

Sonra kubu qarışıqdan çıxarıb, dərhal qovucu kubun çıxıntısındakı maye sütunun hündürlüyünü mm-lə millimetrovka kağızı söykəməklə ölçürlər.

## 17.2. Hesablama

Aşağı səviyyə kimi şüşənin xarici səthi götürülür. Maye sütunun ümumi hündürlüyündən cihazın qalınlığını çıxarırlar. Hündürlüyü 1ml olan maye sütunun həcmi bilərək, qalıqın miqdarını həcmi %-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = \frac{(a - k) \cdot b \cdot 100}{V}$$

burada:

$X$  - qalıqın miqdarı (həcmi %);

$a$  - qalıqın miqdarı (mm);

$k$  - cihazın qatılığı (mm);

$b$  - çıxıntının 1mm-nin həcmi;

$V$  - analiz üçün götürülən divinilin həcmi (nümunə götürücünün həcmi)

Təyinə sərf olunan vaxt: 50÷60 dəqiqə. Yol verilən xəta: 0,04%.

### 17.3. Kubun çıxıntısını dərəcələnməsi

Analitik tərəzidə çəkilməmiş qovucu kubun çıxıntısının 5-10 mm hündürlüyü qədər təmizlənmiş və qurudulmuş civə doldururlar. Şüşənin xarici səthinin aşağısından civənin hündürlüyünün millimetroyka kağızı ilə dəqiq qeyd edirlər. Civə ilə bərgə qovucu kubu analitik tərəzidə çəkirlər. Sonra çıxıntının silindrik hissəsinin 20 mm hündürlüyünə qədər civə ilə doldurub, ümumi hündürlüyünü yuxarıdakı kimi ölçüb çəkirlər. Çəkinin artması n qramla sütunların hündürlüklərinin fərqi (mm) uyğundur. Beləliklə, çıxıntının silindrik hissəsinin sütunun hündürlüyünün hər mm-ri  $\frac{c}{b \cdot q}$ -yə uyğundur.

Burada:  $c$  - civənin xüsusi çəkisi

### 17.4. Nümunə götürücünün dərəcələnməsi

Daralmış hissəyə qədər tökülmüş suyun çəkisi ilə nümunə götürücünün həcmi təyin olunur. Çəkilməni 0,2 qram dəqiqliyi ilə texniki tərəzidə aparırlar.

#### Qatılığın təyini

Qatılığın təyin etmək üçün qovucu kuba 2-3 ml qalıqdan təmizlənmiş (eyni kalonkada ikiqat qovulmuş divinil) divinil yığıb, yuxarıda göstərilən kimi qovurlar.

Qatılığın ölçülməsindəki kimi, qovucu kubun çıxıntısındakı maye sütunun həcmi ölçüb, alınan qiyməti qatılığın kimi qəbul edirlər.

İşə başlamazdan əvvəl yaxud cihazın hansı bir hissəsini dəyişdikdə, onun kipliyini yoxlamaq lazımdır.

Bunun üçün qovucu kubun çıxıntısını şüşə tıxaclı rezin boru ilə bağlayırlar, birinci kranı açırlar, 2-ci kranı  $\perp$  vəziyyətə qoyurlar. Kranın çıxıntısına rezin armudcuq birləşdirərək kalonkada 300 mm-ə qədər təzyiq yaradırlar (manometrin göstəricisi), sonra ikinci kranı  $\perp$  vəziyyətə gətirirlər. Əgər təzyiq düşmürsə, deməli sistemdə buraxılış yoxdur.



## 18. Texniki psevdobutilenin distilləsində alınan kub qalıqında psevdobutilenin təyini

Təyinat - əks soyuduculu cihazda kub qalıqının qovulması nəticəsində psevdobutilenin alınmasına və qazın tərkibində olan psevdobutileni bromlu su ilə udulmasına əsaslanır.

### 18.1. Təyinat üçün lazım olanlar:

- Cihaz ibarətdir:
  - yan ötürməsinə Ø 8-10mm aşağı ucu uzaldılmış şüşə boru (borunun yuxarı ucuna yivli sıxaqla rezin boru taxılıb) salınmış 40-50 ml həcmli yumrudibli kolba;
  - borulu əkssoyuducu (Libix), muftanın uzunluğu 30÷35 sm;
  - ikiqat qabarcıq sayğacı (1/3 ÷ 1/2 həcmində qədər duzlu məhlulla doldurulmuş);
  - 0,8÷1,0 litr həcmli kürəvari qazometr.
2. 2 pipeti və ya kürəli pipeti (Qempel) Orsa cihazı, bir pipet bromlu su ilə, digəri isə qələvi məhlulu ilə (30 %-li) doldurulur.
3. Etil spirti-rektifikat.

### 18.2. Təyinatın gedişi

Təmiz və quru yumrudibli kolbaya 10 ÷ 15 ml etil spirti töküüb, içində bir neçə parça məsaməli material atırlar və tıxaqla birlikdə 0,01÷0,02 qram dəqiqliyi ilə texniki tərəzidə çəkirlər və sonra 3-5 qram buz və duzun soyuducu qarışığına yerləşdirirlər. Soyudulmuş kolbaya sifon vasitəsi ilə 8-10 qram soyudulmuş (buz+duz) analiz olunan məhsulu daxil edib, kolbanı tıxaqla bağlayaraq, dəsmalla silib dərhal çəkirlər. Bundan sonra kolbanı təkrar 3-5 dəqiqəyə buz və duz soyuducu qarışığına yerləşdirirlər, tıxacı açaraq cəld onu soyuducuya birləşdirirlər və qazometrdəki kranı açirlar.

Kolbanı kolbaqızdırıcıda yaxud elektrik piliyasında qızdırirlar, kolbanın içindəki sürətlə qaynamalıdır. Qazometrin təzyiq yaradan şüşə qabı ilə yaranmış kiçik vakuumin köməyi ilə qaz qazometrə daxil olur.

Qazın ayrılması qurtardıqdan sonra (qabarcıq sayğacına nəzarət etməklə) qovmanı qurtarırlar, qızdırıcını söndürürlər, yan ötürü-

cüdəki borunun yivli sıxacını açaraq və təzyiq yaradan şüşə qabını aşağı salarkən, sistemi hava ilə üfürürlər.

Qazometrə duzlu məhlulun səviyyəsi dərəcələnməmiş hissəyə keçənə qədər üfürməni davam etdirirlər, sonra kranı bağlayıb, qazometri ayırırlar. Qazometrə yığılan qazı diqqətlə qarışdırırlar və 10 dəqiqədən sonra otaqdakı temperaturu və atmosfer təzyiqini qeyd edərək, onun həcmi ölçülür.

Alınan qazda doymamışların miqdarını bromlu su ilə udulmasına görə təyin edirlər. Kub qalığında psevdobutilenin miqdarını (X) çəki %-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = \frac{A \cdot y \cdot k \cdot 2,57}{q}$$

Burada:

- A* - qazda doymamışların miqdarı, həcm %-i;  
*y* - alınan qazın həcmi, litr;  
*k* - həcmi normal şəraitə gətirən əmsal, cədvəldən tapılır;  
2,57 - °C və 760 mm civə sütununda 1 litr psevdobutilenin çəkisi, qram;  
*q* - analiz üçün götürülmüş nümunənin çəkisi, qram.

Təyinatə sərf olunan vaxt: 45 dəqiqədir.

Yol verilən xəta: 0,5 % -ə qədər olur.

## 19. Karbohidrogenli qaz fazada divininin və ammoniyakın təyini

Təyinat - qazın tərkibindəki ammoniyakı titirli turşu məhlulu ilə tutulmasına əsaslanır. Ammoniyak udulduqdan sonra qazda divininli aşağıda göstərilən üsullardan biri ilə təyin edirlər.

### 19.1. Təyinat üçün lazım olanlar:

1. 250; 300 ml-lik şüşə qab
2. 1,0÷2,0 həcmli qazometr
3. 200; 250 ml konusvari kolba
4. 25 ml həcmli pipet
5. 1n sulfat turşusu məhlulu

6. Metiloranj indiqatoru və ya qarışıq indiqator (metiloranj+indiqokarmin)

7. 1n natrium hidroksid məhlulu

### 19.2. Təyinatın gedişi:

Şüşə qaba 100 ml 1N turşu məhlulu töküb, içindən keçən iki borulu tıxacla bağlayırlar: bir borunun ucu qabın dibinə çatır, o biri borunun ucu bir azca tıxacdan çıxır.

Tıxacın yuxarisından çıxan boruların ucları düzbucaq altında əyilib. Qısa boru qazometrlə (doymuş xörək duzu məhlulu ilə doldurulmuş) fenolftaleinli distillə suyu ilə doldurulmuş qabarcıq sayğacı vasitəsi ilə birləşdirilir.

Uzun boru isə rezin borunun kiçik parçası ilə nümunə götürülən kranın ştuserinə birləşdirilir. Birləşməmişdən əvvəl kran və boru tədqiq olunan qazla üfürülür. Nümunə götürülən kranı elə açırlar ki, turşu məhlulundan qazometrə qaz 2 dəqiqədə təxmini 100 ml sürətlə keçsin.

1,0 ÷ 1,5 litr qaz keçirilir. Sonra keçən qazın həcmi ölçülür və divinilin miqdarı bromlaşma üsulu ilə və ya Mixalev cihazında təyin olunur.

Pipet ilə 25 ml məhlulu konusvari kolbaya keçirirlər, 2-3 damcı indiqator əlavə edib turşunun artığını 1n qələvi məhlulu ilə titirləyirlər.

Hesabat aşağıdakı düsturla aparılır:

$$X = \frac{V_{NH_3} \cdot 100}{V + V_{NH_3}}$$

Burada:

$X$  - tədqiq olunan qazda ammoniyakın miqdarı, həcm %;

$V$  - qazometrə yığılmış qazın miqdarı, ml;

$V_{NH_3}$  - turşu məhlulu ilə udulmuş ammoniyakın həcmi aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$V_{NH_3} = (100F_1 - 4aF_2) \cdot 22,4$$

burada:  
titrləməyə sərf olunmuş 1N qələvi məhlulunun miqdarı, ml;  
 $F_1$  - 1n turşu məhlulunun faktoru;  
 $F_2$  - 1n qələvi məhlulunun faktoru;

Divinilin miqdarı aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$y = \frac{C \cdot V}{V + V_{NH_3}}$$

burada:  
 $y$  - tədqiq olunan qazda divinilin miqdarı, həcm %;  
 $C$  - qazometrə yığılmış qazda divinilin miqdarı, həcm %;  
 $V$  və  $B_{NH_3}$  - yuxarıda göstərilənlər kimidir.

## 20. Akрил turşusunun nitrilində həll olunmuş tənzimçinin miqdarının təyini

Təyinat - tənzimçinin su ilə çökdürülməsindən və alınan çöküntünün sabit çəkiyə qədər qurudulmasından ibarətdir.

### 20.1. Təyinat üçün lazım olanlar:

- 500 ml həcmli kimyəvi stəkan
- Ø 80 -100 mm Büxner qıfı
- 0,75-1,0 litr həcmli Bunzen qabı
- Su şırnaqlı nasos
- Elektrik quruducu ş kaf
- Rezin ucluqlu şüşə çubuq
- 50 -100 ml şlifli tıxaclı kolba

## 20.2. Təyinatın gedişi

Şlifli tıxaclı kolbaya tənzimçinin məhlulunu töküb, analitik tərzidə çəkirlər. Kolbadan 10 qram məhlulu 350 ml həcmli kimyəvi stəkana töküb, yenidən onu çəkirlər, birinci və ikinci çəkilerarası fərq analiz üçün götürülən tənzimçinin çəkisinə uyğundur. Stəkana 300 ml su əlavə edirlər və nitrilinin suda tam həll olunmasına qədər və tənzimci çökənə qədər qarışdırırlar. Stəkandakını Büxner qıfına yerləşdirilmiş, əvvəlcədən sabit çəkiyə qədər qurudulmuş və çəkilmiş filtirdən süzürlər. Süzməni sürətləndirmək üçün su şırnaqlı nasosdan istifadə olunur.

Rezin ucluqlu şüşə çubuğunun köməyi ilə çöküntünü kəmiyyət-cə filtirə keçirirlər. Çöküntü ilə filtiri saat şüşəsinə yerləşdirərək 50°C sabit çəkiyə gələnə kimi quruducu şkafta qurudurlar, hər yarım saatda kontrol çəkilər aparılır. Quruma temperaturu 50°C-dən çox olmamalıdır, yüksək temperaturda tənzimci əriyir (ərimə temperaturu 55-57°C) və itkilər ola bilər.

Hesabat aşağıdakı kimi aparılır:

$$X = \frac{(a - b) \cdot 100}{q}$$

Burada:

- $X$  - tənzimçinin miqdarı, çəki %;
- $a$  - quru çöküntü ilə filtirin çəkisi;
- $b$  - qurudulmuş filtirin çəkisi;
- $q$  - tənzimci məhlulun çəkisi, qram.

Təyinata sərf olunan vaxt: 25 dəqiqədir.

## 21. Duzsuzlaşdırılmış suda arqentometrik üsulla xlorun təyini

### 21.1. Təyinat üçün lazım olanlar:

- 250; 300 ml həcmli konusvari kolbalar
- 100 ml həcmli silindirlər
- İndiqator: 10%-li  $K_2CrO_4$
- 1 ml həcmli mikrobüret
- 1 litrdə 4,791 qram gümüş nitrat olan məhlul

Titrlənən məhlulun neytral yaxud zəif qələvi olduğu halda, xloridləri argentometrik üsulla təyin etmək olar.

### 21.2. Təyinatın gedişi:

250-300 ml konusvari kolbaya silindirlə 50 ml analiz olunan nümunə töküb, üzərinə 1 ml  $K_2CrO_4$  indiqatoru əlavə edərək, qarışdıraraq zəif qırmızı-qonur rəng alınana qədər titirləyirlər.

### 21.3. Hesabat:

$$X = (a - 0,12) \cdot 10$$

Burada:

$X$  - xlorun miqdarı mq/ℓ

$a$  -  $AgNO_3$  məhlulunun nümunənin titrlənməsinə sərf olunan miqdarı, ml;

0,12 - rəngə görə düzəliş.

Hesabat nümunəsi:

100 ml nümunənin titrlənməsinə 0,53 ml sərf olunub.

$$X = (0,53 - 0,12) \cdot 100 = 0,41 \cdot 100 = 4,1 \text{ mq xlor/ℓ}$$

## 22. Sulfat turşusu məhlullarında sulfat turşusunun miqdarının təyini

### 22.1. Təyinat üçün lazım olanlar:

- 250-300 ml həcmli konusvari kolbalar;
- 50 ml həcmli büretlər;
- 10 ml həcmli pipet;
- Fenolftalein indiqatoru;
- 0,1n natrium hidroksid məhlulu;
- 50 ml həcmli silindr

### 22.2. Təyinatın gedişi:

Silindirlə 50 ml distillə suyu ölçürlər, pipet ilə 10 ml analiz olunan turşunu 2-3 damcı fenolftalein əlavə etməklə 0,1n qələvi məhlulu ilə çəhrayı rəng alınana qədər titrləyirlər. Sulfat turşusunun miqdarını aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{0,1 \cdot a}{d} \%$$

Burada:

- X* - sulfat turşusunun miqdarı, çəki %-lə;  
*a* - itrləməyə sərf olunan qələvinin miqdarı, ml;  
*d* - nümunənin xüsusi çəkisi.

### 22.3. Hesabat nümunəsi

10 ml turşunun titirləməsinə 16 ml 0,1n qələvi sərf olunub. Turşunun xüsusi çəkisi 1,01.

$$X = \frac{0,1 \cdot 16,0}{1,01} = 1,58$$

## 23. Sulfat turşusunun miqdarının təyini

Sulfat turşusunun faizlə miqdarını nümunənin götürülmüş çəkisini qələvi məhlulunun titirlənməsi ilə təyin edirlər.

### 23.1. Təyinat üçün lazım olanlar:

1. 250 ml həcmli konusvari kolbalar
2. Analiz olunan nümunənin çəkisini götürmək üçün şlifli pipetkəli damcılایıcı.
3. 0,5n natrium hidroksid məhlulu
4. 1% fenolftalein indiqatoru

### 23.2. Təyinatın gedişi:

Quru damcılایıcının  $\frac{3}{4}$  həcminə qədər analiz olunan sulfat turşusu tökürlər. Sonra pipetin rezin borusunu sıxaraq damcılایıcıdan pipetə turşunu doldururlar. Pipeti ehtiyatla çıxarıb içindəki turşunu 50 ml su tökülmüş konusvari kolbaya boşaldırlar. Pipeti damcılایıcıya qoyub yenidən analitik tərəzidə çəkirlər. Birinci və ikinci çəkilər arasındakı fərq analiz üçün götürülən turşunun çəkisinə bərabərdir və 0,7-0,9 qram olmalıdır. (Əgər çəki 0,7 qramdan azdırsa, pipetə yenidən turşunu yığıb, nümunəyə əlavə edirlər və yenidən çəkirlər). Kolbada olan turşunun sulu məhlulunu fenolftaleinin (2-3 damcı) iştirakı ilə itməyən çəhrayı rəng alınana qədər 0,5n qələvi məhlulu ilə titirləyirlər.

Sulfat turşusunun miqdarını aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = \frac{a \cdot f \cdot 0,0245 \cdot 100}{q} = \frac{a \cdot f \cdot 245}{q}$$

Burada:

- $X$  - sulfat turşusunun miqdarı, çəki %;  
 $a$  - titrləməyə sərf olunan 0,5n qələvi məhlulun miqdarı, ml;  
0,0245 - 1 ml 0,5n qələvi məhluluna uyğun olan sulfat turşusunun miqdarı, qram;  
 $Q$  - analiz olunan nümunənin çəkisi, qram.

Təyinatə sərf olunan vaxt: 20 dəqiqədir.

Yol verilən xəta: 0,2-0,25% olur.

**23.3. Qeyd:** 0,7-0,9 qram nümunə çəkisi 80-100 % turşunun qatılığı üçün nəzərdə tutulub.

Tədqiq olunan nümunədə turşunun qatılığı az olduqda nümunənin çəkisi 1,5 qrama qədər artırıla bilər.

## 24. Sərbəst yağlı turşunun təyini

### 24.1. Təyinat üçün lazım olanlar

1. Etanol-toluol qarışığı (70:30)
2. 0,1n natrium hidroksid məhlulu
3. 0,1n kalium hidroksid məhlulu
4. Fenolftalein indiqatoru
5. Konusvari kolba

Təyinat kauçukda qaynayan etanol-toluol qarışığı ilə sərbəst yağ turşusunun çıxardılmasına və alınan məhlulun qələvi məhlulu ilə titirlənməsinə əsaslanır.

### 24.2. Təyinatın gedişi

Analitik tərəzidə çəkilmiş 5 qram xırda doğranmış kauçuku konusvari kolbaya yerləşdirirlər sonra üzərinə 30 ml etanol-toluol qarışığı əlavə edirlər. Kolbaya tıxacla hava ilə soyuyan soyuducu birləşdirirlər. Sonra kolbanı qum hamamına yerləşdirib, qızdırırlar. Kolbanın içindəki məhlul qaynamağa başladıqdan sonra onu 10



dəqiqə qaynadırlar. Sonra hava soyuducusunu açıb, kolbadakını başqa kolbaya boşaldırlar. Kolbada qalan kauçuka yenidən 30 ml etanol-toluol qarışığı əlavə edib, hava soyuducusuna birləşdirib, 30 dəqiqə qum hamamında qızdırırlar. Alınan ikinci məhluluda həmin kolbaya boşaldırlar.

Yağlı turşunun tam çıxardılması üçün eyni əməliyyatı (10-15 ml) etanol-toluol qarışığı əlavə edərək təkrarlayırlar. Alınan bütün məhlullar həmin kolbaya yığılır. Sərbəst yağlı turşunun miqdarını təyin etmək üçün, məhlul soyuduqdan sonra 5-7 damcı fenolftalein əlavə edirlər və çəhrayı rəng alınana qədər qarışdıraraq 0,1n natrium hidroksid (yaxud kalium hidroksid) məhlulu ilə titirləyirlər. Paralel olaraq yoxlayıcı təcrübə aparırlar. Sərbəst yağlı turşunun miqdarını %-lə (X) stearin turşusuna hesablayaraq aşağıdakı düsturla təyin edirlər:

$$\frac{(B_1 - B_2) \cdot \Phi \cdot 0,0284}{r} \cdot 100$$

r

burada:

$V_1$  - titrləməyə sərf olunmuş, qələvinin miqdarı, ml;

$V_2$  - yoxlayıcı təcrübənin titrləməsinə sərf olunmuş qələvinin həcmi, ml;

$F$  - qələvinin faktoru;

0,0284 - dəqiq 1n qələvi məhlulunun 1ml-nə ekvivalentli olan stearin turşusunun miqdarı;

$q$  - kauçuk nümunəsinin çəkisi, qram.

Yol verilən xəta: 0,05% olur.

## 25. Sərbəst karbonat turşusunun qatılığının təyini

### 25.1. Təyinat üçün lazım olanlar:

1. 200; 250 ml həcmli konusvari kolbalar.
2. 50 ml həcmli büret
3. 200 ml həcmli silindr
4. 0,01n NaOH məhlulu

Təyinat sərbəst karbonat turşusunun qələvi ilə titrlənməsindən ibarətdir. Karbonat turşusunun miqdarı az olduqda titrləməni 0,01n qələvi məhlulu ilə aparırlar. Titrləmə prosesində qarışdırıldıqda karbonat turşusu asan parçalanaraq atmosfərə ayrılı bildiyi üçün (ya əksinə havadan udula bilər) titrləməni kip tıxacla bağlanan qabda aparmaq lazımdır.

### 25.2. Təyinatın gedişi

250-300 ml həcmli şüşə qabına 200 ml tədqiq olunan suyu tökürlər, 0,2 ml 1%-li fenolftaleinin spirtli məhlulunu əlavə edirlər və 0,01n qələvi məhlulu ilə titirləyirlər, hər dəfə qarışdırıldıqda qab tıxacla bağlanmalıdır.

Titrlənən məhlulun rəngini «yoxlayıcı» məhlulun rəngi ilə müqayisə edirlər. Rənglər uyğunlaşanda qarışdıraraq bir neçə dəqiqə gözləyirlər, əgər rənglər yenə də fərqlənmirlərsə onda hesab etmək olar ki, titirləmə tam qurtarıb.

«Yoxlayıcı» məhlulu hazırlamaq üçün 200 ml tədqiq olunan məhlula 2,5 ml seqnet duzunun qələvi məhlulunu və 0,2 ml 0,01% fenolftaleinin spirt məhlulunu əlavə edirlər, məhlul çəhrayı rəngə boyanır.

### 25.3. Hesabat:

0,01n NaOH miqdarını ml  $X \cdot 22 = \text{SO}_2$  miqdarı, mq/ℓ.

### 25.4. Hesabat nümunəsi

200 ml nümunənin titirlənməsinə 1,5 ml 0,01n qələvi sərf olunur. Karbonat turşusunun miqdarı, mq/ℓ =  $1,5 \times 2,2 = 3,3$  mq/ℓ.

### 25.5. Qeyd:

Sulfat turşusu olduqda, ümumi turşuluğu yuxarıda göstərilən kimi təyin edirlər. Sonra eyni miqdarda yeni su nümunəsini 30 dəqiqə qaynadırlar, kolbanı, patron əhəngli şüşə borusu içindən keçən, tıxacla bağlayıb soyudurlar və qələvi ilə titirləyirlər.

İki titrləmənin fərqi karbonat turşusuna keçirirlər.

## 26. Piknometrlə maye məhsulların xüsusi çəkisinin təyini

Piknometrlə xüsusi çəkinin təyin üsulu ən dəqiq üsuldür. Üsul məhsulun müəyyən həcmnin çəkisinin eyni həcmdə suyun çəkisinin arasındakı nisbətə əsaslanır. Piknometrin seçilməsi məhsulun miqdarından və tələb olunan dəqiqlikdən asılıdır. Piknometrin həcmi artdıqca dəqiqlikdə artır.

Hər piknometrin təyin olunan «su ədədi» olmalıdır (təyinat temperaturunda piknometrin həcmindəki suyun çəkisi).

«Su ədədini» təyin etmək üçün aşağıdakıları etmək lazımdır:

Piknometri diqqətlə xrom qarışığı, spirtlə və distillə suyu ilə yuyub, təmizlənmiş hava ilə qurudurlar, 10 dəqiqə çəki otağında saxlayıb, 0,0002 qram dəqiqliyi ilə analitik tərəzidə çəkirlər. Sonra piknometrə pipet vasitəsi ilə təzə qaynadılmış və soyudulmuş su doldurub, onu  $20^{\circ}\text{C}(\pm 0,1^{\circ})$  temperaturda olan su ilə doldurulmuş 3 litrli bateriyalı stəkana yerləşdirirlər.

Piknometri simlə yaxud probkalı üzgəclə bərkidirlər. 20 dəqiqədən sonra suyun artığını səviyyə yuxarı göstəriciyə çatana kimi, boru şəkilə bükülmüş filtr kağızı ilə götürürlər, piknometri quru əski ilə silib, 10 dəqiqə çəki otağında saxlayaraq analitik tərəzidə çəkirlər.

Su ədədini aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$m = m_2 - m_1$$

burada:

$m_2$  - su ilə piknometrin çəkisi;

$m_1$  - boş piknometrin çəkisi.

Məhsulun xüsusi çəkisinin təyini «su ədədinin» təyini ilə eyni aparırlar. Xüsusi çəkini aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$d = \frac{m_2 - m_1}{m}$$

burada:

$m_2$  - məhsulla birgə piknometrin çəkisi;

$m_1$  - boş piknometrin çəkisi;

$m$  - piknometrin «su ədədi».

Yol verilən xəta: 0,0004 qram olur.

## 27. Dilatometrik piknometrlə xüsusi çəkinin təyini

Dilatometrik piknometrlərdən adətən asan ucuçuluğa malik məhsulların xüsusi çəkisinin təyinində istifadə olunur. Piknometrin boğazındakı dərəcələnmə, mayenin səviyyəsi sıfır xəttində belə olmadıqda, onun həcmnin dəqiq ölçməsinə imkan verir.

Bu dərəcələnmənin hər 1 ml-i suyun çəkilməsi ilə yoxlanılmalıdır, kənara çıxmalar olduqda, piknometrin pasportunda uyğun

düzəlişlər aparılmalıdır. Hər bir piknometrin 2,5÷3 atmosferdə möhkəmliyi (davamlığı) yoxlanılmalıdır.

Tədqiq olunan məhsulun xüsusi çəkisini təyin etmək üçün, quru təmiz piknometri rezin tıxacla və simlə birgə 0,01 qram dəqiqliyi ilə çəkib, 5-10 dəqiqə soyuducu qarışığa yerləşdirirlər və sifon vasitəsi ilə boğazdakı birinci xəttə qədər soyudulmuş məhsulu tökürlər. Piknometri tıxacla bağlayıb, onu bərkidirlər. Piknometri soyuducu qarışığından çıxarıb, yapışan duzu su ilə yuyub, qurudurlar, otaq temperaturunda 20 dəqiqə saxladıqdan sonra 0,01 qram dəqiqliyi ilə çəkirlər. Mayenin həcmi ölçmək üçün piknometri boğazından yuxarı xəttinə qədər müəyyən temperaturu olan su termostatına yerləşdirirlər və 20 dəqiqə saxlayırlar. Sonra aşağı kənarına görə mayenin səviyyəsinin dayandığı dərəcəni qeyd edirlər. Mayenin xüsusi çəkisini aşağıdakı düsturla təyin edirlər:

$$d = \frac{P_1 - P_0}{V + V_1}$$

burada:

$P_0$  - piknometrin çəkisi;

$P_1$  - tədqiq olunan məhsulla piknometrin çəkisi;

$V$  - sıfır xəttinə qədər piknometrin su ədədi;

$V_1$  - su hamamının temperaturunda sıfır xəttindən mayenin səviyyəsi dayandığı dərəcəyə qədər ml-nin miqdarı.

Təyine sərf olunan vaxt: 30-35 dəqiqə.

Yol verilən xəta: 0,001 qram olur.

## 28. Sənaye sularında doymamış birləşmələrin bromlaşma üsulu ilə təyini (damcı üsulu)

Təyinatın aparılması tədqiq olunan suyu brom məhlulu ilə titirləməsindən ibarətdir. Bromla kalium yoddan sıxışdırılıb çıxarılmış yodun nişastaya təsirindən göy rəng alılanda, reaksiya sona çatmış hesab olunur.

### 28.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

1. 25-50 ml həcmli kranlı büret
2. 10 ml pipetka
3. 0,1 ml dərəcələnməmiş 0,5 ml həcmli pipet
4. Ştativdə rezin tıxaclı sınaq şüşələrinin dəsti
5. A,B və V brom məhlulları
6. 1% kalium yod məhlulu
7. 1% kraxmal məhlulu

### 28.2. Brom məhlulunun hazırlanması:

B və V zəif məhlulların hazırlanması üçün ilkin A məhlulundan istifadə olunur. Bu məhlulu hazırlamaq üçün 420-450 ml həcmli kip sıxaclı şüşə qaba 400 ml distillə suyu töküüb, 0,01 ml –ə dərəcələnməmiş pipet vasitəsi ilə 0°C- yə qədər soyudulmuş dəqiq 0,4 ml brom əlavə edirlər. Qabın içindəkini brom tam həll olunana qədər çalxalayırırlar.

Məhlulun titri:

$$A = \frac{3,14 \cdot 0,4}{400} = 0,00314$$

3,14-bromun xüsusi çəkisi.

A məhlulunu 2,5 dəfə distillə suyu ilə durulaşdıraraq B məhlulu alınır, yəni 100 ml A məhluluna 150 ml distillə suyu əlavə edirlər.

B məhlulunun titri:  $0,00314:22=0,000057$  qram/ml

Reaksiyaya görə 0,000057 qram brom 0,00001 qram divinil yaxud 0,000015 qram propilenlə reaksiyaya girir.

V məhlulunu (işçi məhlul) B məhlulu 2 dəfə distillə suyu ilə durulaşdıraraq hazırlayırlar.

V məhlulun titiri:  $0,00126:2=0,00063$  qram/ml

Bu məhlulun 1 damcısında bromun miqdarı 0,000028 qramdır, Bu da reaksiyaya görə 0,000005 qram divinil 0,000007 qram propilenə uyğundur.

Praktiki göstəriçilərə əsasən müəyyən olunub ki, belə aşağı qatılıqlarda brom ikiqat rabitəlilərin yalnız biri ilə reaksiyaya girir.

Beləliklə B məhlulunun bir damcısı 0,00002 qram divinilə, yaxud 0,000015 qram propilenə, V məhlulunun isə 1 damcısı 0,00001 qram divinilə və ya 0,000007 qram propilenə uyğundur.

### 28.3. Təyinatın gedişi:

Hər iki ucu kapilyara uzadılmış şüşə boru (uzunluğu 70-80 mm) içindən keçən tıxacla büreti bağlayırlar. Büretin aşağı hissəsinə (krandan aşağı) sınaq şüşəsinin diametrinə uyğun rezin boru keçirirlər. Uzadılmış ucun çıxış gözü 1 mm olmalıdır və onda büretədən axan suyun hər 1 ml-də 21-23 damcı olmalıdır. Büretədən asta-asta axıdmaqla 5 ml –dən az olmayan suda damcıların hesablanması ilə 1 ml –dəki damcıların miqdarını təyin edirlər.

Büreti bromun V məhlulu ilə doldururlar. Tədqiq olunan suda propilenin olmasını keyfiyyət analizi ilə təyin edirlər. Bunun üçün sınaq şüşəsinə pipet ilə 10 ml tədqiq olunan suyu töküb, sınaq şüşəsinə büretə birləşdirirlər və 1 damcı bromlu su əlavə edirlər. Sınaq şüşəsinə büretədən ayıraraq, rezin tıxacla bağlayıb çalxalayır-lar. Sonra 1-2 damcı kalium yod məhlulu və 1-2 damcı nişasta əlavə edib çalxalayır-lar. Alınan göy rəng tədqiq olunan suda doymamış birləşmələrin olmamasını göstərir. Əgər rəngi dəyişmirsə, bu doymamışların olmasını göstərir.

Doymamış birləşmələr olduqda, onları miqdarı analiz ilə təyin edirlər. Bunun üçün təmiz sınaq şüşəsinə 10 ml tədqiq olunan sudan töküb, 5 damcı bromlu su əlavə edirlər və sonra birinci təcrübədə aparılan əməliyyatlar eyni ilə təkrar olunur.

Eyni sınaq şüşəsinə brom məhlulu əlavə etmək olmaz, ona görə ki, yenidən əlavə olunan bromlu suyun damcısı birinci növbədə kalium yoddan çıxmış sərbəst yodla reaksiyaya girəcək rənglənmə alınmadıqda, təcrübəni brom suyunun 10;15 və sairə damcıları ilə göy rəng alınana qədər təkrar edirlər.

Məlum intervalda doymamış birləşmələr müəyyən edildikdə, bu intervalda damcı-damcı bromlu su əlavə edərək, dəqiqləşdirirlər. Bu intervalda hansı damcıda göy rəng alındığı təyin edilir. Əgər titrilməyə 3 ml artıq V məhlulu gedibse, onda təcrübəni B məhlulu ilə təkrar edirlər. 30-40 damcıdan çox bromlu suyu əlavə etmək məsləhət görülmür.

Təyinatın müddəti tədqiq olunan suda divinilin yaxud propilenin olmasından asılıdır və 5-20 dəqiqə arasında olur.

Təyinatın xətası:  $\pm 0,0003\%$  təşkil edir.

Yol verilən xəta: 0,0002 % təşkil edir.

#### **28.4. Hesabat nümunəsi:**

10 ml tədqiq olunan suya 9 damcı V məhlulu gedibsə, nəzərə almaq lazımdır ki axıncı damcı kalium yodla reaksiyaya gedib, onda doymamışlarla reaksiyaya sərf olunan 8 damcıdır. Bu da 0,00008 qram divinil, yaxud 0,000056 qram propilen təşkil edir.

$$\frac{0,00008 \cdot 100}{10} = 0,0008 \%$$

$$\frac{0,000056 \cdot 100}{10} = 0,00056 \%$$

#### **28.5. Qeyd:**

1. Çalxalandıqda sınaq şüşəsinə qoyulan tıxacların təmizliyinə dəqiq nəzarət etmək lazımdır, hər təcrübədən sonra onlar yaxşı yuyulmalıdırlar. Divinil və ya propilenin olmasına baxmayaraq, bromlu suyun birinci damlasında tıxacda qalan kalium yodun az miqdarı göy rəng verir.

2. Tədqiq olunan su nümunəsini tam doldurulmamış qabda saxlamaq olmaz, belə ki bu halda 1-2 saat saxladıqdan sonra divinil və propilenin qatılığı təxminən 2 dəfə dəyişir.

3. Brom məhlulları yaxşı şiliflənmiş tıxaclı şüşə qablarda saxlanılmalıdır. B və V məhlulları bir sutkadan artıq saxlanılmır.

### **29. Ağac – qətran antioksidləşdiricidə fenolların ümumi miqdarının təyini**

Analiz ağac-qətran antioksidləşdiricisində olan fenolların fenolyatlara keçməsinə (ağac-qətran antioksidləşdiricini təxminən 5%-li kalium hidrokسيد məhlulu ilə çalxalamaqla) və alınan fenolyatlar məhlulunun sınma (refraksiya) göstəricisinin təyininə əsaslanır. Sınma göstəricisinə görə xüsusən tərtib olunmuş cədvəldən, analiz üçün götürülmüş ağac-qətran antioksidləşdiricisinin tərkibindəki fenolların miqdarı tapılır.

#### **29.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:**

1. «PLU» markalı Abbe tipli universal laboratoriya refraktometri.

2. 50 ml həcmli ayırıcı qf.
3. Qovulmuş benzol və ya ksilol.
4. 1,3439÷1,3440 sınma göstəricisi olan kalium hidroksid məhlulu

#### Kalium hidroksid məhlulunun hazırlanması.

55-56 qram kalium hidroksidi 1 litr distillə suyunda həll edirlər. Hazırlanan məhlulun qatılığını 0,5n xlorid turşusu məhlulu ilə titirləməklə yoxlayırlar.

Məhlulun qatılığı 5,2-5,5% olduqda 20°C-də onun şüa sınma göstəricisini təyin edirlər, bu göstərici 1,3439-1,3440 uyğun olmalıdır. Göstərici aşağı olduğu halda məhlulun qatılığını az miqdarda kalium hidroksid əlavə edərək yüksəldirlər, yuxarı olduqda məhlulu distillə suyu ilə durulaşdırırlar.

#### **29.2. Təyinatın gedişi**

İşə başlamadan refraktometrin sıfır nöqtəsini yoxlayırlar. Bunun üçün refraktometrin prizmasına 1-2 damcı distillə suyu əlavə edib və 20°C-də onun şüa sınma göstəricisini təyin edirlər. Bu göstərici 1,3330 bərabər olmalıdır. Bu qiymətdən kənara çıxmalar olduqda, refraktometrin əqrəbini şkalanın 1,3330 dərəcəsinə qoyurlar və açarla işıq kölgə sərhəddini xaçın kəsişmə mərkəzinə keçirirlər və bir neçə dəfə suyun şüa sınma göstəricisini təyin edirlər.

Refraktometrin göstəricisinin düzgün olmasına əmin olduqdan sonra, hazırlanmış kalium hidroksid məhlulunun şüa sınma göstəricisini təyin edirlər. Bu məqsədlə refraktometrin prizmasının üzərinə 1-2 damcı qələvi məhlulu yerləşdirirlər. Işıq-kölgə sərhəddini xaçın kəsişmə mərkəzinə gətirirlər və şkalaya görə qeyd edirlər ki, hazırkı vəziyyətdə hansı dərəcələrə uyğundur. Əməliyyatı 8-10 dəfə təkrar edirlər. Sonra prizmadan qələvi məhlulunu təmizləyirlər və yeni 1-2 damcını eyni məhluldan əlavə edib, bir neçə dəfə işıq kölgə sərhəddini təyin edirlər və şkaladan göstəricilərin hesablanmasını aparırlar.

Refraktometrin göstəriciləri 0,0001-0,0002 dəqiqliklə götürülür.

Alınan nəticələrdən 0,0004-0,0005 kənara çıxmaları onları nəzərə almayaraq, qalan nəticələrin orta qiymətini tapırlar. Sonra 50 ml həcmli ayırıcı qifa 15 ml benzol yaxud ksilol töküüb üzərinə



0,1-0,15 qram (analitik tərəzidə çəkilməmiş) ağac-qətran antioksidləşdirici və şüa sınma göstəricisi 1,3439 və ya 1,3440 olan 10 ml kalium hidrokسيد əlavə edirlər. Qarışığı 2-3 dəqiqə qarışdırırlar və təbəqələşməyə saxlayırlar. Sonra aşağı təbəqədən bir neçə damcı süzürülər və aşağı təbəqənin qalan hissəsini şlifli tıxaclı stəkana ayırırlar. Bu məhlulun 1-2 damcısını refraktometrin prizmasına əlavə edirlər və sonra qələvi məhlulunun təyində olduğu kimi 20°C-də şüa sınma dərəcəsini təyin edirlər, 10-15 hesablamadan orta qiymətini tapırlar.

Sınma göstəricisinə görə təqdim olunan cədvəldən götürülən ağac-qətran antioksidləşdiricinin çəkisində olan fenolların miqdarını tapırlar.

Hesabat aşağıdakı düsturla aparılır:

$$X = \frac{a \cdot 100}{q}$$

Burada:

- X* - ağac-qətran antioksidləşdiricinin tərkibində fenolların miqdarı, çəki % ;  
*a* - müəyyən sınma əmsalına uyğun olan fenolların miqdarı, qram;  
*q* - analiz üçün götürülmüş ağac-qətran antioksidləşdiricinin çəkisi, qram.

Təyinatə sərf olunan vaxt: 25-30 dəqiqə olur.

Yol verilən xəta: 0,35 % təşkil edir.

**29.3. Qeyd.** Sınma göstəricisi təyin olunmuş kalium hidrokسيد məhlulunu kip bağlanan şüşə qabda saxlayırlar və gündəlik iş üçün məhluldan bir qədər başqa kip bağlanan şüşə qaba tökürlər. Məhlulun şüa sınma əmsalı aradır yoxlanmalıdır.

## Sınma göstəricisinə görə fenolların miqdarının təyini

20°C-də analiz olunan məhsulun sınma göstəricisi	Ağac-qətran anti oksid-n analiz üçün götür-ş çəkisin-də fenolların miqdarı	20°C-də analiz olunan məh-n sınma göstəricisi	Ağac-qətran anti oksid-n analiz üçün götürülmüş çəkisində fenolların miqdarı
Kalium hidroksid 1,3439		Kalium hidroksid 1,3440	
1,3439	0	1,3440	0
1,3440	0,0059	1,3441	0,0066
1,3441	0,0117	1,3442	0,0132
1,3442	0,0176	1,3443	0,0198
1,3443	0,0234	1,3444	0,0264
1,3444	0,0293	1,3445	0,0330
1,3445	0,0352	1,3446	0,0396
1,3446	0,0410	1,3447	0,0462
1,3447	0,0469	1,3448	0,0528
1,3448	0,0528	1,3449	0,0581
1,3449	0,0581	1,3450	0,0635
1,3450	0,0635	1,3451	0,0688
1,3451	0,0688	1,3452	0,0741
1,3452	0,0741	1,3453	0,0794
1,3453	0,0794	1,3454	0,0848
1,3454	0,0848	1,3455	0,0901
1,3455	0,0901	1,3456	0,0954
1,3456	0,0954	1,3457	0,1008
1,3457	0,1008	1,3458	0,1093
1,3458	0,1093	1,3459	0,1179
1,3459	0,1179	1,3460	0,1254
1,3460	0,1264	1,3461	0,1349
1,3461	0,1349	1,3462	0,1435
1,3462	0,1435	1,3463	0,1520
1,3463	0,1520	1,3464	0,1592
1,3464	0,1592	1,3465	0,1665
1,3465	0,1665	1,3466	0,1737
1,3466	0,1737	1,3467	0,1810
1,3467	0,1810	1,3468	0,1882
1,3468	0,1882	1,3469	0,1965
1,3469	0,1965	1,3470	0,2023
1,3470	0,2028		

### 30. Lateksdə və çirkab sularda kauçukun təyini

Təyinat lateksdən kauçukun koaqulyasiyasından, ayrılmasından, qurudulmasından və koaqulyasiya olunmuş kauçukun çəkilməsindən ibarətdir.

Lateksdə alınan kauçukun miqdarına görə, xüsusi tərtib olunmuş cədvəldən kauçukun uyğun olan çıxımını tapırlar.

#### 30.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:

1. 1 litr həcmli plastik yaxud qalın divarlı şüşə stəkan.
2. 150 ml həcmli kimyəvi stəkan
3. 100 mm diametrlili çini yaxud dəmir kasa
4. Kisə, metallik ya da ipək sıx torlu ələk.
5. 17-18%-li kalium ya da maqnezium xlorid məhlulu
6. Susuz asetat turşusu.

#### 3.30.2. Təyinatın gedişatı (lateks üçün)

1 litr həcmli stəkana 500 ml distillə suyu töküb, 10 ml kalium (maqnezium) xlorid 1-3 damcı asetat turşusu (axırını əlavə etməmək də olar) əlavə edirlər.

150 ml həcmli stəkanda 100 qram analiz olunan lateksi çəkirlər. Çəkilmiş lateksi qarışdıraraq hazırlanmış qarışığa boşaldırlar. Koagulyasiya olmuş kauçuku tordan ya da kisədən süzüb ilıq (35-40°C) su ilə yuyurlar, əllə sıxıb xırdaLAYırlar və kasada səriRLƏR. Kauçukla kasanı 15-40 dəqiqəyə quruducu şkafa (180°C yuxarı olmasın) yerləşdirirlər, sonra çıxarıb havada soyudurlar və çəkirlər.

Kauçukun çəkisinə görə bu məqsəd üçün xüsusi tərtib olunmuş cədvəldən kauçukun çıxımını təyin edirlər (karbohidrogenlərə görə hesablayırlar).

1-ci polimerizatorun lateksini çox yumşaq və yapışqanlı olduğu üçün tordan süzmürlər, onu stəkanda diqqətlə yuyurlar (stəkandakı su bir neçə dəfə dəyişdirilir). Sonra kauçuku əllə götürüb sıxırlar və kasada səriRLƏR.

«Lateksdə kauçukun miqdarı-kauçukun çıxımı» cədvəlini aşağıdakı hallar əsasında tərtib edirlər.

1. Bütün daxil olunmuş stiroL lateksin tərkibindədir.
2. Lateksin tərkibində yalnız 1,5% divinil var, qalan hissəsi deqazasiya olunub.

3. Kauçukda külün miqdarı 0,5%.
  4. Karbohidrogen və su fazasının nisbətləri 100:105
  5. Divinillə stiolun nisbətləri 70:30
  6. Kauçukda divinilin miqdarı 76,5% və stiolun 23,5%
- Yuxarıda deyilənlərə əsaslanaraq hesabata aşağıda göstərilən kimi aparırlar.

Kauçukun 10%-li çıxımı üçün lateksin tərkibi:

1. Su fazası 105 çəki hissəsi.
2. Kauçuk 10 çəki hissəsi.
3. Stiol  $30 - 2,35 = 27,65$  çəki hissəsi
4. Kül 0,05 çəki hissəsi

Cəmi: 142 çəki hissəsi.

5. Həll olunmuş divinil:  $\frac{1,5 \cdot 142,7}{100} = 2,14$

Ümumi  $142,70 + 2,14 = 144,84$  çəki hissəsi.

144,84 çəki hissəsinin tərkibində 10 çəki hissəsi kauçuk var, 100 çəki hissəsində isə  $\frac{100,10}{144,84} = 6,9$

Beləliklə 100 qram lateksin tərkibində 6,9 qram kauçuk olduqda kauçukun çıxımı 10%-ə bərabərdir.

Kauçukun 20%-li çıxımı üçün:

Lateksin tərkibi:

1. Su fazası - 105 çəki hissəsi.
2. Kauçuk - 20 çəki hissəsi
3. Stiol -  $30 - 4,7 = 25,3$  çəki hissəsi (4,7- stiolun 20%-li kauçukun tərkibində 23,5%-in çəki hissəsi)
4. Kül - 0,10 çəki hissəsi

Cəmi - 150,4 çəki hissəsi

5. Həll olunmuş divinilin miqdarı:  $\frac{4,5 \cdot 150,4}{100} = 2,26$  çəki hissəsi

Ümumi  $150,4 + 2,26 = 152,66$  çəki hissəsi.

Lateksin 152,66 çəki hissəsində 20 çəki hissə kauçuk var.

Lateksin 100 çəki hissəsində:

$$\frac{20 \cdot 100}{152,66} = 13,1 \text{ çəki hissəsi kauçuk var.}$$

Beləliklə, 100 qram lateksdə 13,1 qram kauçuk var – kauçukun çıxımı 20%-dir.

Buna görə də 30%; 40%; 50%; 60%; və 70% kauçukun çıxımları üçün kauçukun miqdarını hesablayırlar. Sonra alınan nəticələr əsasında cədvəl tərtib edirlər «Lateksdə kauçukun miqdarı – kauçukun çıxımı» qrafikini qururlar.

Çirkab suların Tərkibində kauçukun təyində 1 litr həcmli stəkana 500 ml su kəməmindən su töküb, 10 ml kalsium xlorid, 1-2 ml asetat turşusu əlavə edirlər və qarışdıraraq 500 ml tədqiq olunan sudan əlavə edirlər, qalan əməliyyatları lateksdə olduğu kimi aparırlar.

Hesabatı aşağıdakı düsturla aparırlar.

$$X = a \cdot 2$$

Burada:

$X$  - da kauçukun miqdarı, q/l;

$a$  - ruduqdan sonra kauçukun çəkisi, qram.

Təyinatə sərf olunan vaxt: 50-60 dəqiqə olur.

### **31. Akril turşusunun nitrilində həll olunmuş tənzimləyicinin miqdarının təyini**

Təyinat - su əlavə etməklə tənzimləyicinin çökdürülməsindən və alınan çöküntünü sabit çəkiyə qədər qurudulmasından ibarətdir.

#### **31.1. Təyinat üçün lazım olan qablar:**

1. 500 ml həcmli kimyəvi stəkan
2. Ø 80-100mm ölçülü Büxner qığı.
3. 0,75-1,0 litr həcmli Bunzen şüşə qabı.
4. Su şırnaqlı nasos.
5. Elektrik quruducu şkof.
6. Rezin ucluqlu şüşə çubuq.
7. 50-100 ml həcmli kip tıxaqlı kolba.

#### **31.2. Təyinatın gedişi**

Kip tıxaqlı kolbaya tənzimləyici məhlulu töküb, analitik tərəzidə çəkirlər. Ondən 10 qrama yaxın məhlulu 500 ml həcmli kimyəvi stəkana boşaldıb, kolbanı yenidən analitik tərəzidə çəkirlər. Birinci və ikinci çəkilərin arasında fərq analiz üçün götürülmüş tənzimləyicinin çəkisinə uyğundur.

Stəkana 300 ml distillə suyu əlavə edib, məhlulu nitril tam həll olana və tənzimləyicinin çöküntüsü alınana qədər qarışdırırlar.

Stəkanın içindəkini Büxner qıfına yerləşdirilmiş əvvəlcədən sabit çəkiyə qədər qurudulmuş və çəkilməmiş filtirdən süzülür.

Süzməni sürətləndirmək üçün su şırnaqlı nasosdan istifadə olunur. Çöküntünü rezin ucluqlu şüşə çubuğun köməyi ilə miqdarca (itktsiz) filtərə keçirirlər.

Süzülmüş çöküntünü filtirlə birgə saat şüşəsinə qoyub 50°C sabit çəkiyə gələnə qədər quruducu şkafta qurudurlar.

Quruma temperaturu 50°C- dən yuxarı olmamalıdır, yüksək temperaturda tənzimləyici əriyir (ərimə temperaturu 55-57°C) və itkiyə yol verilə bilər.

Hesabatı aşağıdakı düsturla aparırlar:

$$X = \frac{(a - b) \cdot 100}{q}$$

Burada:

*X* - tənzimləyicinin miqdarı, % çəki;

*a* - quru çöküntünün filtirlə birgə çəkisi;

*b* - filtirin çəkisi (qurudulmuş);

*q* - tənzimləyici məhlulun çəkisi, qram.

Təyinatə sərf olunan vaxt: 25 dəqiqə olur.

## 32. Stirola və metilstirola görə sopolimer tərkibinin təyini

Təyinat - təmizlənmiş kauçukun sınma göstəricisinin miqdarına görə sopolimerin tərkibinin təyin olunmasına əsaslanır.

### 32.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar

1. Spirt – toluol qarışığı (70:30 həcm nisbəti).
2. Laboratoriya, universal «PLU» markalı Abbe tipli refraktometr.
3. Şliffənmiş hava soyuduculu 50-100 ml həcmli yastı dibli kolba
4. 25 ml həcmli ölçü silindiri

### 32.2. Təyinatın gedişi

1 qram xırda doğranmış kauçuku kolbaya daxil edirlər, üzərinə 25 ml spirt-toluol əlavə edib, hava soyuducusuna birləşdirirlər və 1 saat ərzində su hamamında qızdırırlar. Spirt-toluol qarışığını boşal-

dıb, kauçuka yenidən 25 ml təzə qarışıq əlavə edirlər və 1 saat su hamamında qızdırırlar. Sonra yenə də spirt-toluol qarışığını boşaldıb, kauçukla təzədən 25 ml qarışıq əlavə edib 30 dəqiqə qızdırırlar.

Spirt-toluol qarışığını boşadırlar və kauçuku iki dəfə 10 ml təzə spirt-toluol qarışığı ilə yuyurlar. Sonra kauçuku kolbadan çıxarıb filtr kağızı ilə qurudurlar və tamamilə qurudmaq üçün 50°C-də 20 dəqiqə mikrovaldan keçirirlər. Qalınlığı 0,7-1 mm olan alınan qabığın müxtəlif yerlərindən lövhəciklər kəsirlər və 20°C -də refraktometrə şüa sınma göstəricisini təyin edirlər. Bu zaman işıq kölgə sərhədi mütləq aydın olmalıdır. 10-15 ölçüdə şüa sınma əmsalinin orta qiymətini tapıb, hesabatda ondan istifadə edirlər.

Hesabat aşağıdakı düsturla aparılır:

$$X = \frac{P - 1,5176}{C}$$

Burada:

- $X$  - əlaqəli stirokun və metilstirolun miqdarı,%;
- $P$  - təmizlənmiş kauçukun tapılan sınma göstəricisi;
- 1,5176 - polidivinilin sınma göstəricisi;
- $C$  - 1% əlaqəli stirok ya da metilstirola uyğun olan sınma göstəricisinin dəyişməsi; stirok üçün 0,000724, metilstirol üçün isə 0,000744-ə bərabərdir.

Təyinatə sərf olunan vaxt: 3,5 saat olur.

Yol verilən xəta: 0,5% təşkil edir.

### 32.3. Qeyd

Mikrovalslar olmadıqda, spirt-toluol qarışığı ilə təmizlənmiş kauçuku, çalxalayaraq 50 ml benzolda həll edirlər, alınan benzol məhlulu divarlarının hündürlüyü 30-35 mm olan 100 ml həcmli kristallizatora boşadırlar. Kristallizatoru benzol tam buxarlanana qədər sorucu şkafda saxlayırlar, sonra onu vakuüm eksikatora yaxud vakuüm quruducuya yerləşdirirlər. Sabit çəkiyə gələnə kimi qurudurlar. Qurudulmuş örtüyün müxtəlif sahələrindən lövhəciklər kəsib 20°C-də sınma göstəricisini təyin edirlər.

### **33. Buxarın elastikliyinə görə divinil-rektifikatda və psevdobutilen kondensatında aşağı temperaturda qaynayan (asan uçuculu) karbohidrogenlərin təyini**

Təyinat  $0^{\circ}\text{C}$  -də tədqiq olunan divinilin ya da psevdobutilenin civə manometrinə təsir edən təzyiqin ölçülməsinə əsaslanır. Əgər təzyiq  $0^{\circ}\text{C}$  verilən tərkibdəki məhsulun təzyiqindən yüksəkdirsə, bunun səbəbi tədqiq olunan məhsulda asanuçucu birləşmələrin (etilen və propilen) olmasıdır, onların buxarlarının elastikliyi divinil və psevdobutilenin buxarlarının elastikliyindən xeyli yüksəkdir. Bu fərqi qiymətinə asan uçucuların miqdarı barəsində fikir söyləmək olar. Cihazda havanın olması buxarın elastikliyinə artırır, buna görə də təyin zamanı havanı tam kənarlaşdırırlar.

#### **33.1. Cihazın təsviri**

Təyinat üçün cihaz civə manometrindən, ampulalardan və buzla doldurulmuş vannadan ibarətdir. Civə manometri U -şəkilli boudur, hər dirsəkdə ampula birləşdirmək üçün ötürməsi olan kürevəri genişlənməsi var; dirsəklərin ikisində də iki hərəkətli kran var. Manometrin şkalasının uzunluğu 450-500mm-dir. Divinil nümunəsi üçün şüşə ampulaların ölçüləri bunlardır: enli hissənin uzunluğu: 100 mm; boğazın uzunluğu: 150-160mm; enli hissənin diametri: 12-13 mm; boğazın diametri: 5-6mm-dir. Ampula yivli sıxaqla və şüşə tıxaqla təhiz olunmuş qalın divarlı rezin boru ilə bağlanır. Sabit temperaturu saxlamaq üçün vanna kimi əriyən buzla doldurulmuş 2-3litr həcmli batareyalı stəkandan istifadə olunur; istilik keçirməni azaltmaq üçün stəkan azbestə bükülür. Asan uçucuların təyində cihazın hissələrindən hava manometrlə qoruyucu qab vasitəsi ilə birləşdirilmiş su şırnaqlı nasosun köməyi ilə kənarlaşdırılır.

#### **33.2. Analiz olunan məhsulun nümunəsinin götürülməsi**

Təmiz və quru ampula 10-15mm qalıq təzyiqə qədər vakuullaşdırırlar, yivli sıxaqla kip bağlayıb, nasosdan ayırırlar və buzla duzun soyuducu qarışığına yerləşdirirlər. Rezin borunun ucunu şüşə tıxaqla bağlayırlar. Nümunəni bilavasitə çənin nümunə götürmə borusundan və ya boru kəmərinin ştuserindən götürürlər. Nümunə götürmə borusunu divinillə yuyub, soyuducu qarışığından çıxarma-



yaraq, ampula ona birləşdirilir, sonra yivli sıxacı və ventili açaraq ampula  $\frac{3}{4} \div \frac{4}{5}$  həcminə qədər doldurulur. Ampulanın sıxacını və ventili bağlayıb, ampulanı ayırırlar və ucunu şüşə tıxaclı rezin boru ilə bağlayırlar. Eyni zamanda nümunə 2-3 ampulaya götürülür. Nümunə götürülmənin əsas şərti hermetiklidir.

### 33.3. Təyinatın gedişi

Tədqiq olunan məhsulun nümunəsi ilə ampulanı qarışıqdan çıxarıb, su ilə yuyurlar və əriyən buzla doldurulmuş vannaya yerləşdirirlər, manometrin ötürülməsinə birləşdirirlər; o biri ötürməsinə şüşə tıxaclı rezin boru ilə bağlayırlar. 10 dəqiqədən sonra analiz olunan nümunənin temperaturu  $0^{\circ}\text{C}$ -ə çatanda, cihazı kran vasitəsi ilə su şırımlı nasosa birləşdirirlər və cihazda 10-15ml qalıq təzyiqli qalana qədər havanı çıxarırlar. Sonra kranı bağlamaqla cihazı nasosdan ayırırlar və ehtiyatla ampulanın sıxacını elə açırlar ki, divinil ya psevdobutilen birdən ampuladan sıçramasın və manometrdeki civə asta-asta qalxсын. Eləcə də ehtiyatla manometrin o biri dirsəyindəki sıxacı açırlar, ona havanın baxıl olması üçün və tədriclə hər iki sıxacı tam açırlar. 5 dəqiqədən sonra ampuladan çıxan buxarla yaradılan təzyiqli civə sütunu ilə ölçüb yenə 5 dəqiqə gözləyirlər. Əgər bu vaxt ərzində civə sütunu 5mm çox artsa, bu nümunənin düzgün götürülməməsini göstərir (ampulada hava çoxdur) və nümunə yararsız edilir. Tədqiq olunan məhsulun tərkibindəki asanuçucu karbohidrogenlərin buxarının elastikliyi (P) mm. civə sütunu ilə aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$P = (A+B) - V$$

Burada:

- A* - ampuladan çıxan buxarların əmələ gətirdiyi təzyiqli qiyəti, mm. civə sütunu;
- B* - barometrle ölçülmüş atmosfer təzyiqinin qiyəti, mm. civə sütunu;
- V* - tədqiq olunan məhsulun tərkibindəki divinil və psevdobutilenin miqdarına görə olmalı təzyiqli qiyəti, mm. civə sütunu (cədvəl 1-dən tapılır).

Alınan təzyiqlərin fərqi (P mm.civə sütunu) görə cədvəl 2-dən (divinil rektifikat üçün) ya da cədvəl 3-dən (psevdobutilen kondensatı üçün) analiz olunan nümunədə asanuçucuların miqdarını tapırlar.

Təyinə sərf olunan vaxt: 25-30 dəqiqə olur. Yol verilən xəta:

1. 0,5 miqdara qədər -0,1%
2. 0,5-1% qədər -0,2%;
1. 1-2% -0,3;
2. 2-4% - 0,4%;
3. 4%- yuxarı -0,5%

**Cədvəl 1.**

**0°C-də divinil və psevdobutilen qarışıqların buxarının elastikliyi**

təzyiq mm. civə süt.	Qarışığın tərkibi, %		Təzyiq mm. civə süt.	Qarışığın tərkibi,%	
	Divinil	Psevdobutilen		divinil	psevdobutilen
733	0	100,0	830	56,5	43,5
740	4	96,0	840	62,0	38,0
750	11	89,0	850	67,5	32,5
760	16,5	83,5	860	73,0	27,0
770	22,0	78,0	870	79,0	21,0
780	28,0	72,0	880	85,0	15,0
790	33,5	66,5	890	91,0	9,0
800	39,0	61,0	900	96,5	3,5
810	45,0	55,0	906	100,0	0
820	51,0	49,0			

**Cədvəl 2.**

**Divinil-rektivikatın tərkibindəki asanuçucuların miqdarından cihazdakı təzyiqin artıqlığının asıllığı**

təzyiq mm. civə süt.	Asanuçucu -ların miqdarı, çəki %	təzyiq mm. civə süt.	Asanuçu- cuların miqdarı, çəki%	təzyiq mm. civə süt.	Asanuçu- cuların miqdarı, çəki%
10	0,20	65	1,20	115	2,10
15	0,29	70	1,29	120	2,20
20	0,38	75	1,38	125	2,30
25	0,47	80	1,47	130	2,38
30	0,56	85	1,56	135	2,46
35	0,65	90	1,65	140	2,55
40	0,74	95	1,75	145	2,65
45	0,85	100	1,85	150	2,75
50	0,93	105	1,94	155	2,85

55	1,01	110	2,02	160	2,95
60	1,10				

*Cədvəl 3*

**Texniki psevbutilen ilə tərkibindəki asanuçucuların miqdarından cihazdakı təzyiğin artıqlığının asılılığı**

təzyiq mm. civə süt.	Asanuçuculan miqdarı, çəki%	Təzyiq mm. civə süt.	Asanuçuculan miqdarı, çəki%	təzyiq mm. civə süt.	Asanuçuculan miqdarı, çəki%
10	0,24	130	2,94	245	5,53
15	0,34	135	3,05	250	5,64
20	0,44	140	3,16	255	5,75
30	0,66	145	3,28	260	5,86
35	0,79	150	3,40	265	5,97
40	0,92	155	3,51	270	6,08
45	1,03	160	3,62	275	6,19
50	1,14	165	3,73	280	6,30
55	1,25	170	3,84	285	6,42
60	1,36	175	3,94	290	6,53
65	1,48	180	4,04	295	6,65
70	1,60	185	4,16	300	6,77
75	1,71	190	4,28	305	6,89
80	1,82	195	4,39	310	7,00
85	1,93	200	4,50	315	7,11
90	2,04	205	4,62	320	7,22
95	2,15	210	4,74	325	7,33
100	2,25	215	4,86	330	7,44
105	2,37	220	4,98	335	7,55
110	2,48	225	5,09	340	7,66
115	2,60	230	5,20	345	7,77
120	2,72	235	5,31	350	7,88
125	2,83	240	5,42	355	7,99

### 34. Sirkə (asetat) turşusunun analizi

Hər hazırlanmış turşu partiyasında sirkə turşusunun və dəmirin miqdarı təyin olunur. Sirkə turşusunun təyini fenolftaleinin iştirakı ilə natrium hidrokسيد məhlulu ilə titirlənməsindən ibarətdir. Dəmirin təyini dəmir oksidin dəmir 2- oksidinə reduksiyasına və isti məhlulun kalium permanınat məhlulu ilə titirlənməsinə əsaslanır.

#### 34.1. Təyinat üçün lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:

1. 150-250 ml həcmli konusvari kolbalar
2. 10 və 50ml həcmli pipetklər
3. Şüşə qıflar--
4. 1n natrium hidrokسيد məhlulu
5. 0,1n kalium permanınat məhlulu
6. 1% -li fenolftaleinin spirt məhlulu
7. Sulfat turşusu
8. Sink tozu

#### 34.2. Sirkə turşusunun təyini

Konusvari kolbaya pipet vasitəsi ilə 10 ml süzölmüş analiz olunan turşunu daxil edirlər, 15-20 ml distillə suyu, bir neçə damcı fenolftalein əlavə edib, 1n natrium hidrokسيد məhlulu ilə çəhrayı rəng əmələ gələnə kimi titirləyirlər.

Hesabat aşağıdakı kimi aparılır:

$$X = \frac{a \cdot \phi \cdot 0,06 \cdot 100}{10} = a \cdot \phi \cdot 0,6$$

Burada:

- $X$  - sirkə turşusunun miqdarı, q/100ml;
- $a$  - titirləməyə sərf olunan 1n natrium hidrokسيد məhlulunun miqdarı, ml;
- $f$  - 1n natrium hidrokسيد məhlulunun faktoru;
- 0,06 - dəqiq 1n natrium hidrokسيد məhlulunun 1 ml-ə uyğun sirkə turşusunun miqdarı, qram;
- 10 - analiz üçün götürölmən sirkə turşusunun miqdarı, ml.

#### 34.3. Dəmirin təyini:

Konusvari kolbaya süzölmüş analiz olunan turşunun 50 ml- ni daxil edirlər, 10ml distillə suyu, 10ml qatı sulfat turşusu və bıçağın ucunda sink tozu (məhlulun tərkibindəki 3 valentli dəmirin redu-

siyası üçün) əlavə edirlər. Məhlulu qum hamamında hidrogen tam çıxana qədər (mayadə-qaz qabarcıqları) qızdırırlar və sonra 0,1n kalium permanqanat məhlulu ilə zəif çəhrayı rəng alınana qədər titirləyirlər:

Hesabatı aşağıdakı düsturla aparırlar:

$$X = \frac{a \cdot f \cdot 0,00558 \cdot 100}{50} = a \cdot f \cdot 0,0116$$

Burada:

- X* - analiz olunan turşuda dəmirin miqdarı, q/100ml;  
*a* - titrləməyə sərf olunmuş 0,1n kalium permanqanat məhlulunun miqdarı, ml;  
*f* - 0,1n kalium permanqanat məhlulunun faktoru;  
0,00558 - 0,1n kalium permanqanat məhlulunun 1 ml-nə uyğun olan dəmirin miqdarı, qram;  
50 - təyin üçün götürülmüş sirkə turşusunun miqdarı, ml.

Analizə sərf olunan vaxt: 30-40 dəqiqə olur.

### **35. Qələvi ilə təmizləndikdən sonra etilendə, propilendə və piroqazda ümumi kükürdün miqdarının təyini**

#### **35.1. Metodikanın məqsədi və mahiyyəti**

Qələvi ilə təmizləndikdən sonra əmtəlik etilendə, propilendə və piroqazda ümumi kükürdün miqdarını təyin etmək üçün bu üsuldən istifadə olunur. Bu üsul tədqiq olunan qazın tərkibindəki kükürdlü birləşmələrin, 900-1000°C temperaturda platin katalizatorunda qaz halında olan hidrogenlə hidrogenləşməsinə əsaslanır. Alınan hidrogen sulfid turş mühitdə xlorlu dəmirin iştirakı ilə N, N dimetil-p-fenilendiaminlə reaksiyaya girərək əmələ gətirdiyi metilen göyün rənginin intensivliyini kalorimetrik üsulla təyin edirlər.

Bu üsulla uducu məhlulda 0,002mq qədər hidrogen sulfidin miqdarını təyin etmək olar. Üsulun həssaslığı 1 mq/m<sup>3</sup>. Analizə sərf olunan vaxt kükürdün miqdarından və hidrogenləşmə vaxtından asılıdır (2-4 saat).

#### **35.2. Aparatlar, qablar, reaktivlər**

- kükürdü təyin edən qurğu
- Pt katalizatorlu 750-800mm uzunluğu və 10-15mm daxili diametri olan kvarts borular;

- 0,1-0,1mm diametrli platin sim və ya 10-15 qram çəkiddə platin tor (katalizator kimi istifadə olunur)
- C-200, CI-500 və CBT-25 DÜİST 10378-73 ya analoji tipdə şüşə qablar;
- PKC tipli laboratoriya şüşə reometri
- işçi temperaturu 900-1000°C uzunluğu 250-350mm, daxili diametri 15-20mm olan silindrvari elektrik sobası;
- FEK-56M və başqa tipli fotokalorimetr və ya spektrofotometr dalğanı 650nm uzunluğunda optiki ölçmənin aparılmasına imkan verir
- 7-1-5; 7-2-5; 2-1-10; 2-2-10; 2-1-20; 2-2-20 pipetləri
- KnKŞ-250-29-32 TC kolbaları
- 2-50-2; 2-250-2; 2-500-2 kolbaları
- 25 və 2-100 silindirləri
- azot qaz halında
- kükürlü birləşmələrdən təmizlənmiş hidrogen, marka B
- 0,1n natrium hidroksid məhlulu
- xlorid turşusu qatı, həcmə görə 1:1 məhlulu və 10%-li məhlul
- N,N-dimetil-p-fenildiamin xlorid turşusu
- 6 mol sulu dəmir xlorid
- metiloranj indiqatoru
- qovulmuş distillə suyu
- həll olunan nişasta (1%-li məhlul).
- 0,02 n natrium tiosulfat məhlulu ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ).
- tərkibində hidrogen sulfidin qatılığı 0,001 mq/sm<sup>3</sup> olan 9 sulu natrium tiosulfat məhlulu

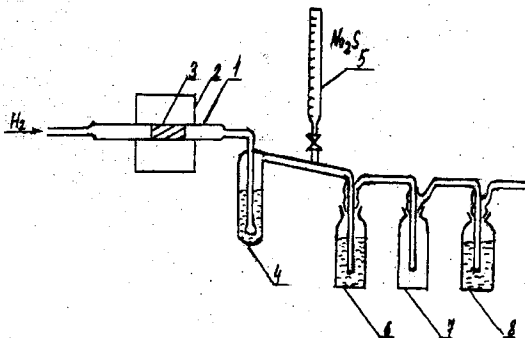
### 35.3. Məhlulların hazırlanması

Xlorid turşulal; u N,N-dimetil-p-fenildiamin məhlulu. 0,10 ± 0,01 qram xlorid turşulu N,N-dimetil-p-fenildiamini 100sm<sup>3</sup> 1:1 (həcmə görə) xlorid turşusu məhlulunda həll edirlər.

**35.4. Dəmir xlorid məhlulu:** 1,2 qram dəmir xloridi 25 sm<sup>3</sup> qatı xlorid turşusunda və 75sm<sup>3</sup> qovulmuş distillə suyunda həll edirlər.

**35.5. Natrium sulfid məhlulunun hazırlanması:** 3,1 qram natrium sulfidi 10sm<sup>3</sup> distillə suyunda həll edirlər. Alınan məhlulu büretə

boşaldırlar. Şüşə qaba 100 sm<sup>3</sup> 10%-li xlorid turşusu məhlulu tökürlər. İkinci şüşə qabı qoşmadan, 5 dəqiqə ərzində qurğudan və natrium hidroksidlə doldurulmuş üçüncü şüşə qabdan 0,3 dm<sup>3</sup>/dəq. sürətlə kvarts borusunda təmizlənmiş hidrogen keçirirlər. Sonra hidrogenin verilməsini kəsməyərək, içində 200 sm<sup>3</sup> natrium hidroksid olan ikinci şüşə qabı birləşdirirlər və büretdə birləşdirən xətdə 1,5 sm natrium sulfid əlavə edirlər. Natrium sulfidin alınma qurğusunun sxemi şəkil 35.5.1.-də verilmişdir.



Şəkil 35.5.1. Natrium sulfidin alınma qurğusunun sxemi:

1) kvartsli reaktor; 2) elektrik sobası; 3) platin katalizator; 4) 0,01 n natrium hidroksidli uducu; 5) natrium sulfidli büret; 6,7,8- HCl məhlulu; boş və natrium hidroksid məhlullu Dreksel şüşə qabları.

Sonra 30 dəqiqə hidrogeni keçirərək, ikinci şüşə qabını ayırırlar və alınan natrium hidroksid məhlulunda natrium sulfid məhlulunu əsas məhlul kimi istifadə edirlər. Əsas məhlulun qatılığını yodometrik üsulla təyin edirlər. Bunun üçün tıxacla kəp bağlanan 250 sm<sup>3</sup> həcmli konusvari kolbaya 20 sm<sup>3</sup> yod məhlulu əlavə edib, üzərinə 10 sm<sup>3</sup> 10 % -li xlorid turşusu və 20 sm<sup>3</sup> əsas məhlulu əlavə edib, qarışdırırlar və 10 dəqiqə qaranlıq yerdə saxlayırlar. Sonra yodun artığını nişastanın iştirakı ilə natrium tiosulfat məhlulu ilə titirləyirlər. Kontrol təcrübədə titirləməni eyni reaktivlərlə aparırlar, lakin əsas məhlulun əvəzinə 20 sm<sup>3</sup> qovulmuş distillə suyu əlavə edirlər.

Hidrogen sulfidin əsas məhlulunda kütlə qatılığını (X) mq/sm<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$X = \frac{(B_1 - B_2) \cdot 0,34}{20}$$

Burada:

- $V_1$  - yoxlayıcı təcrübədə titirləməyə sərf olunan natrium tiosulfatın həcmi,  $sm^3$ ;  
 $V_2$  - əsas məhlulun titirləməsinə sərf olunan natrium tiosulfatın həcmi,  $sm^3$ ;  
0,34 - 0,02n yod məhlulunun 1  $sm^3$ -a uyğun olan hidrogen sulfidin kütləsi, mq;  
20 - təyin üçün götürülmüş natrium sulfidin əsas məhlulunun həcmi,  $sm^3$

Alınan məhlulda hidrogen sulfidin qatılığı 0,1 mq/ $sm^3$  yaxın olmalıdır. Natrium sulfid məhlulunda hidrogen sulfidin qatılığını 0,001 mq/ $sm^3$  almaq üçün əsas məhlulu 01n natrium hidroksid məhlulu ilə durulaşdırırlar.

### 35.6. Dərəcələnmə qrafikinə qurulması

50  $sm^3$  həcmli ölçü kolbalarına 20  $sm^3$  natrium hidroksid məhlulu töküb və üzərinə 1-dən 20  $sm^3$ -a qədər hidrogen sulfidin qatılığı 0,001mq/ $sm^3$  olan natrium sulfid məhlulu əlavə edirlər. Sonra hər kolbaya 6  $sm^3$  xlorid turşulu N,N dimetil-p-fenilendiamin və 1 $sm^3$  dəmir xlorid məhlullarını əlavə edib, qarışdırırlar. Bunlarla bərabər kontrol məhlul hazırlayırlar. Bunun üçün 50  $sm^3$  həcmli ölçü kolbasına 20  $sm^3$  natrium hidroksid məhlulu, 6  $sm^3$  xlorid turşulu N,N-dimetil-p-fenildiamin və 1  $sm^3$  dəmir xlorid məhlulu tökürlər. 20-30 dəqiqədən sonra qovulmuş distillə suyu ilə həcmi 50  $sm^3$  çatdırılaraq, qarışdırırlar və 5 dəqiqədən sonra hazırlanmış məhlulların və kontrol məhlulun optiki sıxlıqların arasındakı nisbətə görə, işıq udma qatın qalınlığı 50mm küvetdə  $\lambda=650nm$  dalğa uzunluğunda optiki sıxlığı ölçürlər. Alınan göstəricilərə görə dərəcəli qrafik qururlar.

**Nümunənin götürülməsi:** Nümunəni DÜİST 24975.0-81 görə DÜİST 14221-78-dəki nümunə götürənlərlə götürürlər. Nümunənin həcmi təxmin edilən kükürd birləşmələrinin miqdarından asılıdır.

### 35.7. Analizə hazırlıq

Sxemaya uyğun qurğunu yığırlar. Platin katalizatoru olan kvars boruları qurğunun əsas hissəsidir. Hidrogen axınına görə birinci boru hidrogenin təmizlənməsinə xidmət edir, ikinci boru –



analizin aparılmasına. Boruların diametri 10-15mm, uzunluğu isə 750-800mm, platin katalizatorun layı (qatı) 150 mm, qızdırılan zona 300-400mm, qızdırılma temperaturu 900-1000°C. Hidrogeni rahat tənzimləmək üçün 1-ci reometrədən əvvəl hidrogenin artı-ğını sorucu şkafa kənarlaşdırmaq üçün manostat qoyulub. Analizə başlamazdan əvvəl qurğunun düzgün yığılması, keçiriciliyi və germetikliyi yoxlanılır. Bunun üçün uducuya aspiratoru birləşdirib, 1-ci reometrin qabağındakı ventili bağlayırlar və aspiratorun boşaldılma borusunun sıxıcını açırlar. Sistem germetik olduqda bir neçə dəqiqədən sonra aspiratordan suyun axması dayanır.

### 35.8. Analizin aparılması

Kvars borusunda hidrogenlə havanın partlayış təhlükəli qarışıqların alınmasının qarşısını almaq üçün analizdən əvvəl qurğunu 10 dəqiqə azotla üfürürlər. Azotun verilməsini kəsmədən elektrik sobanı işə salırlar və temperatur 900°C çatanda 250-400 sm<sup>3</sup>/dəq sürətlə hidrogenin verilməsinə başlayırlar. Hidrogen əvvəlcədən kükürlü birləşmələrdən təmizlənməlidir. Bunun üçün balondakı hidrogen axımını 1-ci reometrədən və hidrogen axımına görə birinci olan 3-cü kvars reaktorundan keçirirlər. Hidrogen tərkibindəki kükürlü birləşmələr hidrogenləşdirərək hidrogen sulfidə çevrilir və alınan hidrogen sulfid 0,1n natrium hidroksid məhlulu ilə doldurulmuş absorberlərdə udulur. Sonra 2-ci absorberdə hidrogen su ilə yuyulur və karbohidrogenlərin platində koks əmələgəlməsinin qarşısını almaq üçün, 60-80°C qədər qızdırılıb ikinci kvars reaktoruna daxil olur. Hidrogenin verilməsindən 3-5 dəqiqədən sonra içində 20 sm<sup>3</sup> natrium hidroksid olan absorberi kvars borusuna birləşdirirlər və hidrogenlə birgə analiz olunan qazı verirlər və verilən həcmi kükürdün qatılığından asılıdır

*Cədvəl 2.35.8.1.*

Kükürdün külə qatılığı, mq/m <sup>3</sup>	Keçirilən qazın həcmi, dm <sup>3</sup>
1 və 1-dən az	5
1-dən çox	3

Analiz olunan qazı 20 sm<sup>3</sup>/dəq. çox olmayan sürətlə kvars borunun yan çıxıntısına verirlər. Borunun çıxışında hisin alınmasının və uducu məhlullarda bulanılıqlığın alınmasının qarşısını almaq üçün analiz olunan qazın 1 həcminə 15-20 həcm hidrogen verilməlidir.

Analiz olunan qazın verilməsini kəsdikdən sonra katalizatoru bərpa etmək üçün və ondan hidrogen sulfidi qovmaq üçün 10 dəqiqə hidrogenin verilməsini davam etdirirlər. Sonra absorberi ayırırlar və qurğunu 10 dəqiqə azotla üfürürlər. Aparatdan analiz temperaturunda hava axını keçirərək katalizatorda çökmüş hisi yandırirlar. Absorberdən qələvi məhlulunu 50 sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbasına boşaldırlar. Məhlul bulanıq olduqda onu süzürler. Absorberi 15 sm<sup>3</sup> qovulmuş distillə suyu ilə yaxalayıb kolbaya boşaldırlar. Sonra kolbaya 6 sm<sup>3</sup> xlorid turşulu N,N-dimetil-p-fenilendiamin və 1 sm<sup>3</sup> dəmir xlorid məhlulu əlavə edirlər və qarışdırırlar. Eyni zamanda kontrol məhlulu hazırlayırlar. Bunun üçün 50 sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbasına 20 sm<sup>3</sup> 0,1n natrium hidrokسيد məhlulu, 6 sm<sup>3</sup> xlorid turşulu N,N-dimetil-p-fenilendiamin və 1 sm<sup>3</sup> dəmir xlorid məhlulu əlavə edirlər. 20-30 dəqiqədən sonra kolbadakı məhlulların həcmi qovulmuş distillə suyu ilə 50 sm<sup>3</sup>-ə çatdırıb, qarışdırırlar və 5 dəqiqədən sonra hazırlanmış məhlulların və kontrol məhlulun optiki sıxlıqlarını arasındakı nisbətə görə işıq udma qatının qalınlığı 50mm küvetdə,  $\lambda = 650\text{nm}$  dalğa uzunluğunda optiki sıxlığı ölçürlər. Analoji olaraq 7 gündən bir (həmçinin reaktivlər dəyişdikdə) yoxlayıcı təcrübələr aparırlar. Bunun üçün tədqiq olunan qazsız hidrogeni qurğudan eyni vaxtda və eyni sürətlə keçirirlər və sonra yuxarıda göstərilən kimi davam etdirirlər. Hidrogenlə əlaqədar olan bütün işləri sorucu şkafda aparırlar.

### 35.9. Nəticələrin işlənməsi

Etiləndə, propiləndə və piroqazda kükürdün kütlə qatılıqlarını ( $X_1$ ) mq/m<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X_1 = \frac{(M - M_1) \cdot 0,9412 \cdot 1000}{B}$$

Burada:

- $m$  - analiz olunan qazda dərəcəli qrafikinə görə tapılmış hidrogen sulfidin kütləsi, mq;
- $m_1$  - kontrol təcrübədə dərəcəli qrafikinə görə tapılmış hidrogen sulfidin miqdarı, mq;
- 0,9412 - hidrogen sulfidin kükürdə keçmək üçün hesablama əmsali;
- $V$  - normal şəraitə gətirilmiş, keçirilmiş analiz olunan qazın həcmi, dm<sup>3</sup>.

## 36. Təmizlənmədən əvvəl və sonra piroqazda kiçik miqdarda hidrogen sulfidin kolorimetrik təyini metodikası

### 36.1. Məqsəd və mahiyyət

Metodika qələvi ilə təmizlənmədən əvvəl və sonra piroqazda hidrogen sulfidin təyində istifadə olunur. Üsul natrium hidroksid məhlulu ilə piroqazdan hidrogen sulfidin udulmasına və metilen göy halında natrium sulfidin kolorimetrik təyininə əsaslanır. Turş mühitdə dəmir 3 xloridin iştirakı ilə sulfid dimetilparafenilendi-aminlə reaksiyaya girərək metilen göy əmələ gətirir. Rənglənmiş məhlulun optiki sıxlığı fotokolorimetrdə təyin olunur. Üsul kütlə qatılığı 0,005 mq/m<sup>3</sup>-dən çox olan hidrogen sulfidi təyin etməyə imkan verir. Sərf olunan vaxt piroqazın analizinə təmizlənmədən əvvəl 40 dəqiqə, təmizlədikdən sonra 2 saatdan çox, udulma vaxtından və hidrogen sulfidin miqdarından asılıdır.

### 36.2. Lazım olan aparatlar və kimyəvi reaktivlər

- dalğa uzunluğu 680nm-də ölçüləri aparmağa imkan verən KFK və ya KFO və başqa tipli fotokolorimetrlər

- metiloranjlı barometr-aneroid

- termometr ; şkala 0-50°C, dərəcələnmə 0,1°C

- 50; 100 və 200 sm<sup>3</sup> həcmli nümunəni götürmək üçün və sax-

lamaq üçün şüşə pipetlər

- CH-1-200 kapilyar borusunda tozlandırıcı (pulvezator) olan uducu şüşə qablar

- 4-1-25 büretlər

- 2-50-2; 2-100-2; 2-1000-2 ölçü kolbaları

- 5 və 10 sm<sup>3</sup> həcmli pipetlər

- N,N dimetilparafenilendi-amin, 0,1%-li xlorid turşusunda (1:

1) məhlul

- dəmir xlorid

- natrium tiosulfat 0,02n məhlul

- yod 0,02n məhlul

- qatı xlorid turşusu, 10% -li və 1:1 (həcmə görə) məhlullar

- natrium hidroksid 0,1n məhlul

- 9 mol sulu natrium sulfid

- həll olunan nişasta

- distillə suyu

- texniki hidrogen
- texniki qaz halında azot
- natrium sulfidin alınma qurğusu

### 36.3. Məhlulların hazırlanması.

Dəmir xloridi 1,1 qram reaktivi 25 sm<sup>3</sup> qatı xlorid turşusunda həll edib distillə suyu ilə həcmi 75sm<sup>3</sup> çatdırırlar. Natrium sulfid məhlulu (ilkin): 3,1 qram Na<sub>2</sub>S·9H<sub>2</sub>O 10 sm<sup>3</sup> distillə suyunda həll edirlər.

### 36.4. Dərəcəli qrafikin qurulması:

Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün natrium sulfidin əsas standart məhlulunu və iki işçi standart məhlulları (hidrogen sulfidin miqdarı №1-0,01mq/sm<sup>3</sup> və №2-0,001mq/sm<sup>3</sup>) hazırlanır. Əsas məhlulun hazırlanmasında istifadə olunan natrium sulfidi sorucu şkafta yığılmış qurğuda alırlar. Büretkaya kimyəvi duzsuzlaşdırılmış ilkin su ilə natrium sulfid məhlulu tökürlər. Dreksel şüşəsinə 100 sm<sup>3</sup> 10%-li xlorid turşusu məhlulu və ikinci dreksel şüşəsinə üçüncü 200 ml 0,1n natrium hidroksid məhlulu tökürlər. Üçüncü dreksel şüşəsi boş qalır. Balondakı hidrogeni 0,3 dm<sup>3</sup> sürətlə oksigendən təmizləmək üçün hidrogenləşmə reaktoruna verilir və sonra təmizlənmiş hidrogen uducuları keçərək ikinci və üçüncü dreksel qablarına daxil olur və sistem 5 dəqiqə üfülür. Hidrogenin verilməsini saxlamayaraq, dreksel qabını birləşdirib birləşdirici xəttə büretdən 1,5sm<sup>3</sup> natrium sulfid məhlulu tökürlər. Sistemi 30 dəqiqə hidrogenlə üfürüb, dreksel şüşə qabını ayırırlar və alınan natrium sulfid məhlulunu əsas standart məhlulu kimi istifadə edirlər.

Əsas standart məhlulunun qatılığını yodometrik üsulla təyin edirlər. Bunun üçün tıxacla kip bağlanan 250 sm<sup>3</sup> həcmli konusvari kolbaya 20 sm<sup>3</sup> 0,02 n yod məhlulu, 10 sm<sup>3</sup> 10%-li xlorid turşusu və 20 sm<sup>3</sup> əsas standart məhlulu töküüb, qarışdırırlar və 10 dəqiqə qaranlıq yerdə saxlayıb yodun artığını nişastanın iştirakı ilə 0,02n natrium tiosulfat məhlulu ilə titirləyirlər. Eyni reaktivlərlə (yoxlama) kontrol təcrübə aparırlar, lakin əsas standart məhlulu əvəzinə 20 sm<sup>2</sup> qovulmuş distillə suyu əlavə edirlər.

Hidrogen sulfidə (X) hesablanmış natrium sulfidin kütlə qatılığını mq/sm<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla təyin edirlər.

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,34}{20}$$

Burada:

- $V_1$  - yoxlama təcrübənin titirləməsinə sərf olunan 0,02n natrium tiosulfatın ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ) həcmi,  $sm^3$ ;  
 $V_2$  - işçi nümunənin titirləməsinə sərf olunan 0,02n natrium tiosulfatın həcmi,  $sm^3$ ;  
 0,34 - 0,02n natrium tiosulfatı məhlulunun 1  $sm^3$  ekvivalent olan hidrogen-sulfidin miqdarı,  $mq$ ;  
 20 - titirləmə üçün götürülmüş əsas standart məhlulun həcmi,  $sm^3$ .

Əsas standart məhlulu 0,1n natrium hidroksid məhlulu ilə 250  $sm^3$  ölçü kolbalarında durulaşdıraraq 0,01n (№1) və 0,001n (№2) standart məhlulları alırlar. Standart məhlullardan №1(0,01n q/ $sm^3$ ) və №2(0,001n q/ $sm^3$ ) 2 standart şkala hazırlayırlar və hidrogen sulfidin iki diapazonu üçün qrafiklər qururlar. Bunun üçün 50 $sm^3$  həcmli ölçü kolbalarına 20  $sm^3$  0,1n natrium hidroksid məhlulu töküb üzərinə 1,2,3,...10  $sm^3$  standart məhlul əlavə edirlər.

### 36.5. Nümunənin götürülməsi:

Qaz nümunəsi götürməzdən əvvəl qaz xətti yaxşı üfürülməlidir.

### 36.6. Titirləmədən əvvəl piroqazın nümunəsinin götürülməsi:

Təmizlənmədən əvvəl piroqazda hidrogen sulfidi təyin etmək üçün, piroqaz nümunəsini 50  $sm^3$  həcmli şüşə pipetlərə götürülür. Karroziyaya davamlı materialdan hazırlanmış nümunə götürən borunun bir ucu nümunə götürülən yerə birləşir, o biri ucu isə qaz nümunəsi götürülən pipetlərə birləşir. Pipetlər təmiz və quru olmalıdır, onu 3-5 dəqiqə tədqiq olunan qazla üfürürlər, belə ki üfürülən qazın həcmi pipetin həcmindən 10-15 dəfə böyük olsun. Pipetin kranını və giriş kranı dərhal bağlayarlar, pipetdəki təzyiq, atmosfer təzyiqindən bir az yüksək olmalıdır və pipeti nümunə götürən xətdən ayırırlar.

### 36.7. Təmizləndikdən sonra piroqazın nümunəsinin götürülməsi:

Təmizləndikdən sonra piroqazda hidrogen sulfidi təyin etmək üçün piroqaz bilavasitə uducu şüşə qablarından keçirilir. Bunun üçün nümunə götürən boru nümunə götürülən yerə birləşir və qazla üfürülür, o biri ucu uducu qaba birləşir.

### 36.8. Analizin aparılması

Təmizlənmədən əvvəl piroqazda kükürdün iki uducu şüşə qabların hərəsinə  $10 \text{ sm}^3$   $0,1\text{n}$  natrium hidroksid məhlulu töküb onları ardıcıl birləşdirirlər. Qaz pipetinin bir kranını ani açaraq ondakı qazın təzyiqini atmosfer təzyiqi ilə bərabərləşdirirlər. Pipeti iki yollu kranla birinci uducu qabla və üç yollu kranla isə azot xətti ilə birləşdirirlər. Kranı azotla üfürürlər. Sonra azot axınını kəsməyərək pipetdəki kranları elə çevirirlər ki, azot pipetə daxil olsun və oradakı qazı uduculardakı məhlullardan keçirmək üçün sıxışdırıb çıxarsın. İlk 5 dəqiqədə üfürülən qazın sürəti dəqiqədə  $30\text{-}40$  qabarıq olmalıdır. Qazın əsas hissəsi məhlulla sıxışdırılıb çıxarıldıqdan sonra axının sürətini tədricən  $10 \text{ dm}^3/\text{saata}$  qədər yüksəldirlər və yenə  $10$  dəqiqə üfürürlər. Analoji olaraq uducu qablardan azot üfürərək kontrol təcrübə aparırlar. Təmizləndikdən sonra piroqazda kükürdün təyini iki uducu şüşə qabın hərəsinə  $10\text{sm}^3$   $0,1\text{n}$  natrium hidroksid məhlulu töküb, ardıcıl birləşdirirlər.

İkinci uducu qaba rezin boru vasitəsi ilə qaz saygacını birləşdirirlər. Nümunə götürülən xətti uducu qabların girişindən əvvəl qoyulmuş, üçağızlı boru vasitəsi ilə üfürürlər. Qaz axını sürəti  $200 \text{ sm}^3/\text{dəqiqə}$  olmalıdır və keçirilən qazın həcmi elə olmalıdır ki, məhlulun tərkibində hidrogen sulfidin miqdarı  $0,002$  qramdan az olsun. Analiz aparılan vaxtda temperaturu barometrik təzyiqi qeyd edirlər və qaz saygacından keçən qazın həcmi ölçürlər. Keçirilən qazın miqdarı onun tərkibində olan hidrogen sulfidin miqdarından asılıdır.

*Cədvəl 1*

Hidrogen sulfidin qatılığı, $\text{mq}/\text{m}^3$	Qazın həcmi, $\text{dm}^3$
0-0,01	400
0,01-0,05	400-200
0,05-1	200-10
1-10	10-1
10-50	1-0,2
50-100	0,2-0,1
100-200	0,1-0,05

Hər iki halda (təmizlənmədən əvvəl və sonra) uduculardakı məhlulları  $50\text{sm}^3$  həcmli ölçü kolbalarına keçirirlər.  $6\text{sm}^3$  dimetilparafenilendiamin,  $1\text{sm}^3$  dəmir xlorid məhlulu əlavə edib distillə suyu ilə həcmi  $50 \text{ ml}$ -ə çatdırırlar və qarışdırırlar.  $15$  dəqiqədən sonra

onun və kontrol nümunənin optiki sıxlıqların arasındakı nisbətə görə, işıqudma qatın qalınlığı 50mm və 10mm küvetlərdə alınan məhlulun rəngindən asılı olaraq,  $\lambda = 680\text{nm}$  dalğa uzunluğunda optiki sıxlığı ölçürlər. Kontrol nümunəni analoji üsulla hazırlayırlar, kolbaya daxil edirlər.

- təmizlənmədən əvvəl piroqaz üçün, azotla üfürüldükdən sonra  $20\text{ sm}^3$  uducu məhlulu;

- təmizlənmədən sonra piroqaz üçün,  $20\text{sm}^3$  0,1n natrium hidroksid məhlulu.

### 36.9. Nəticələrin hesablanması

Piroqazda hidrogen sulfidin kütlə qatılığını (X)  $\text{mq}/\text{m}^3$  aşğıdaki düsturla hesablayırlar.

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

Burada:

- a* - *dərəcələnmə qrafikindən sulfidin kütləsi, mq;*
- V* - *keçirilmiş qazın həcmi,  $\text{dm}^3$ ;*
- K* - *qazı normal şəraitə gətirən düzəliş əmsali.*

## 37. Təmizlənməyə qədər piroqazda hidrogen-sulfidin yodometrik üsulu ilə təyininin metodikası

### 37.1. Məqsəd və mahiyyət

Bu metodika qələvi ilə təmizlənməyə qədər piroqazda hidrogen-sulfidin təyində istifadə olunur. Bu üsul qazlardan hidrogen-sulfidin kadmium asetat məhlulu ilə udulmasına və uducu məhlulda alınan kadmium-sulfidin yodometrik təyininə əsaslanır. Üsulun həssaslığı  $1\text{ mq}/\text{m}^3$ . Analizə sərf olunan vaxt 1,5 saat, ondan çox olması udma vaxtından və hidrogen-sulfidin piroqazdakı qatılıqdan asılıdır.

### 37.2. Cihaz və reaktivlər

- CH-1-200 kapilyar borusunda tozlandırıcı olan uducu şüşə qablar. DÜİST 25 336-82
- KH-1-250-29/32 kolbalar. DÜİST 25336-82

- 4-2-25 büret DÜİST 20292-74E
- 7-1-10 pipetlər DÜİST 20292-74 E
- Ölçü silindirləri 1-50,1-1000 DÜİST 1770-74E
- 2-1000-2 ölçü kolbası DÜİST 1770-74E
- Konusvari kimyəvi qıf DÜİST 25336-82
- Kağız filtr «göy lent»
- Üstü örtülü elektrik piltəsi
- Barabanlı qaz sayğacı (TSB-400 maye bağlayıcısı ilə)
- Meteoroloji barometr-aneroid
- Laboratoriya şüşə termometrii, şkala 0-50°C, dərəcələnmə 0,1°C
- Kadmium asetat DÜİST 5824-79, 5%-li sirkə turşusu ilə turşulaşdırılmış sulu məhlul (1dm<sup>3</sup> məhlula 30sm<sup>3</sup> sirkə turşusu DÜİST 61-75 əlavə edirlər)
- Xlorid turşusu DÜİST 3118-77, 10%-li məhlul
- Yod DÜİST 4159-79, 0,1 və 0,01n qatılıqlı məhlullar
- Natrium tiosulfat (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O) standart CGB 223-75, 0,1 və 0,01n məhlullar
- Həll olunan nişasta DÜİST 10163-76, 1%-li sulu məhlul
- Distillə suyu DÜİST 6709-72

### **37.3. Analizə hazırlıq**

İki uducu şüşə qabın hərəsinə 50 ml sirkə turşusu ilə turşulaşdırılmış kadmium asetat məhlulu tökürlər. Qabları ardıcıl rezin boru ilə birləşdirirlər. Yığılmış sxemin kipliyini yoxlayırlar. İkinci qabın çıxış aparıcı borusunu qaz sayğacına birləşdirirlər.

### **37.4. Nümunənin götürülməsi**

Nümunə götürməzdən əvvəl boru əsaslı sürətdə məhsulla üfürülməlidir. Karroziyaya davamlı materialdan (paslanmayan polad, alüminium, kvars, şüşə) nümunə götürən borunun ucu ilə nümunə götürülən yerə birləşdirirlər və qazla üfürürlər, o bir ucu isə uducu qaba kip birləşir.

### **37.5. Analizin aparılması**

Nümunə götürülən xətt uducu qabların girəcəyində yerləşdirilmiş üç ağızlı boru vasitəsi ilə qazla üfürülür. Qaz axınının sürəti 20dm<sup>3</sup>/saatdan çox olmamaq şərti ilə tənzimləyib uducu qablara



yönəldirlər və fikir vermək lazımdır ki, ikinci uducu qabda məhlul şəffaf olsun. Analiz apardıqda temperaturu, barometrik təzyiqi və qaz sayğacından keçən qazın miqdarını ölçüb qeyd edirlər. Verilən qazın miqdarı onun tərkibində olan hidrogen-sulfiddən asılıdır və cədvəldə göstərilən miqdarlarla təyin olunur.

**Cədvəl 1.**

Təxmin edilən H <sub>2</sub> S- in kütlə qatılığı, mq/m <sup>3</sup>	Qazın həcmi, dm <sup>3</sup>	Natrium-tiosulfat məhlulunun qatılığı, mol/dm <sup>3</sup>
0-10	200-400 çox	0,01
10-100	200-100	0,01
100-250	100-50	0,1
250-500	50-20	0,1
500-2000	20-5	0,1

Lazımı həcmdə qazı kecidikdən sonra nümunə götürülən xətdəki ventili bağlayırlar və uducu qabları ayırırlar. Qabların içindəki yığılmış məhlulu konusvari kolbaya itkisiz keçirirlər və qabları diqqətlə distillə suyu ilə yuyurlar. Kolbadakı məhlulun həcmi distillə suyu ilə 200 ml -ə çatdırırlar və doymamış karbohidrogenləri kənarlaşdırmaq üçün 30 dəqiqə qaynadırlar. Məhlulu soyudurlar, süzülər, filtirdə qalan çöküntünü distillə suyu ilə yuyurlar və çöküntü ilə filtri əvvəlki kolbaya keçirirlər. 50sm<sup>3</sup> distillə suyu əlavə edib, filtri sıyıq halına gətirənə qədər əzirlər, 10sm<sup>3</sup> yod məhlulu və 5sm<sup>3</sup> 10%-li xlorid turşusu məhlulu əlavə edirlər, tıxacla bağlayıb, yodun artıqlığına əmin olduqda 5 dəqiqə qaranlıq yerdə saxlayırlar. Sonra tıxacı və kolbanın divarlarını distillə suyu ilə yuyub, yodun artığını açıq-sarı rəng alınana qədər natrium tiosulfat məhlulu ilə titirləyirlər. Üzərinə 1sm<sup>3</sup> nişasta məhlulu əlavə edib titirləməni göy rəng itənə kimi davam edirlər. Paralel olaraq qaz keçirmədən yuxarıda göstərilən kimi kontrol titirləmə aparırlar.

### 37.6. Nəticələrin hesablanması:

Piroqazda hidrogen- sulfidin kütlə qatılığını (X) mq/m<sup>3</sup> və ya həcm payını (X<sub>1</sub>) %-lə aşağıdakı düsturlarla hesablayırlar.

$$X = \frac{(B_1 - B_2) \cdot \Psi \cdot 0,017 \cdot 10}{B}$$

$$X_1 = \frac{(B_1 - B_2) \cdot \Psi \cdot 11,18 \cdot 100}{B \cdot 1000}$$

Burada:

- $V$  - normal şəraitə gətirilmiş analiz üçün keçirilmiş qazın həcmi,  $dm^3$ ;  
 $V_1$  - yoxlama nümunənin titirlənməsinə sərf olunan 0,1 və ya 0,01n natrium-tiosulfat məhlulunun həcmi,  $sm^3$ ;  
 $V_2$  - işçi nümunənin titirlənməsinə sərf olunan 0,1 və ya 0,01n natrium-tiosulfat məhlulunun həcmi,  $m^3$ ;  
 $C$  - natrium-tiosulfat məhlulunun nominal qatılığı;  
0,017 -  $1sm^3$  1n natrium-tiosulfat məhluluna uyğun olan hidrogen-sulfidin kütləsi;  
11,18 -  $1sm^3$  1n natrium-tiosulfat məhluluna uyğun olan hidrogen-sulfidin həcmi,  $sm^3$ .

### 38. Birbaşa (bilavasitə) qovulmuş benzinin karbohidrogenlərin qrup tərkibinin təyin metodikası

#### 38.1. Təyinatı və mahiyyəti

Benzin fraksiyasında, o cümlədən birbaşa qovulmuş benzinlərdə karbohidrogenlərin qrup tərkibini təyin etmək üçün bu metodikadan istifadə olunur. Bu üsul benzin fraksiyalarında aromatik karbohidrogenləri (benzol, toluol, etilbenzol, meta, orta və paraksilollar), naften, parafin və izoparafin karbohidrogenlərinin miqdarını təyin etməyə imkan verir. Aromatik karbohidrogenlər TŞ 38.101500-74 görə xromatoqrafik üsulla təyin olunur. Naften və parafin (n+izo) karbohidrogenləri Qrozniy üsulu ilə təyin edirlər. Aromatizasiya olunmuş benzində anilin nöqtəsinin təyindən sonra, tədqiq olunan benzinlə eyni temperatur həddində qaynayan fərqli karbohidrogenlərin anilin nöqtələrinə görə hesabatla kimyəvi tərkibi təyin olunur. N-parafin karbohidrogenləri metodikaya görə onların CaA seolitləri ilə udulması yolu ilə təyin edirlər, izoparafin karbohidrogenlərini isə parafinlərin cəminin və n-parafinlərin fərqi ilə təyin edirlər.

### **38.2. Naften və cəmi parafin karbohidrogenlərin miqdarının təyini.**

#### **Cihazlar, reaktivlər və materiallar**

- Cihaz DÜİST 12329-77 anilin nöqtəsini təyin etmək üçün oda davamlı şüşədən hazırlanmış sınaq şüşəsi-bilərzıyyə (muftaya) mantar tıxac vasitəsi ilə taxılmış sınaq şüşəsindən ibarətdir. Daxili sınaq şüşəsi termometr və qarışdırıcı taxılmış mantar tıxacla bağlanır.
- Qızdırıcı diametri 1,5 mm olan yumşaq dəmir silindr, aşağı ucunda  $18 \pm 2$  mm diametrli konsentrik dairə var; yuxarı ucu düzbucaq şəklində əyilib və uzunluğu 55 mm-dir, qarışdırıcının uzunluğu  $200 \pm 3$  mm-dir. Qarışdırıcıya yönəldici kimi 65mm uzunluğu, daxili diametri 3mm olan şüşə borudan istifadə olunur.
- TH-5 tipli DÜİST 400-80 görə civə termometrii ( $30^{\circ} - 100^{\circ}\text{C}$ ).
- Su hamamı kimi istifadə olunan  $600$ ;  $750$  və  $1000\text{sm}^3$  həcmli şüşə stəkan DÜİST 25336-82;
- Su hamamında istifadə olunan alüminium qarışdırıcı;
- DÜİST 20292-74-ə görə  $1,5\text{sm}^3$  həcmli pipetkalar;
- 50 ml həcmli ölçü silindrləri;
- 250 ml həcmli ayırıcı qıflar DÜİST 25336-82;
- DÜİST 4204-77 sulfat turşusu, qatılığı  $96,5 \pm 1\%$ ;
- DÜİST 2184-74 oleum;
- DÜİST 450-77 susuz kalsium xlorid, ya da DÜİST 4460-71 görə közərdilmiş;
- təzə qovulmuş anilin DÜİST 5819-78;
- Natrium hidroksid DÜİST 4327-77;
- Kalium hidroksid DÜİST 9285-78;
- Etolonlu normal heptan DÜİST 5395-70;
- filtr kağızı;

### **38.3. Reaktiv sulfat turşusundan və oliumdan 98%-li sulfat turşusunun hazırlanması**

1. DÜİST 4204-77 görə reaktiv sulfat turşusunda kütlə payını təyin edirlər;
2. DÜİST 2184-77 görə oliumda sərbəst sulfat anhidridin kütlə payını təyin edirlər;
3. Cədvələ (2.38.3.1) görə oliumun çəki miqdarını sulfat turşusunun monohidrat çəki miqdarına hesablayırlar;

4. Xaç qanununa görə 98%-li turşunun alınması üçün reaktiv turşu ilə qarışdırmağa lazım olan olium miqdarını hesablayırlar. **Məsələ:**

- Oliumda sərbəst sulfat anhidridi kütlə payı 20%-dir, bu 104,50% sulfat turşusunun qatılığına uyğundur;
- İlkin sulfat turşusunda monohidratır kütlə payı 95%;
- Xaç qanununa görə

104,5%

95%

98

3

6,5

Beləliklə, 98%-li sulfat turşusunu almaq üçün 3 hissə 20% oleum və 6,5 hissə 95%-li sulfat turşusu qarışdırmaq lazımdır.

**Cədvəl 2.38.3.1**

Kütlə payı, %		20° C sıxlıq q/sm <sup>3</sup>	Kütlə payı, %		20° C sıxlıq q/sm <sup>3</sup>
SO <sub>3</sub> (sərbəst)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		SO <sub>3</sub> (sərbəst)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
0	100	1,8305	16	103,6	1,8827
1	100,225	1,8335	17	103,82	1,8864
2	100,45	1,8366	18	104,05	1,8899
3	100,68	1,8397	19	104,28	1,8933
4	100,90	1,8429	20	104,50	1,8968
5	101,12	1,8461	21	104,72	1,9002
6	101,35	1,8498	22	104,95	1,9037
7	101,58	1,8525	23	105,18	1,9071
8	101,80	1,8558	24	105,40	1,9105
9	102,03	1,8591	25	105,62	1,9139
10	102,25	1,8624	26	105,85	1,9173
11	102,48	1,8658	27	106,08	1,9206
12	102,70	1,8691	28	106,30	1,9240
13	102,92	1,8725	29	106,52	1,9273
14	103,15	1,8759	30	106,75	1,9307
15	103,38	1,8793			

Qatı sulfat turşusunu oliumla qarışdırdıqda, oliumu sulfat turşusuna tökürlər. Oliumu daimi qarışdıraraq nazik şırnaqla tökürlər. Qalın divarlı şüşə və ya çini qablardan istifadə olunur.

#### **38.4. Analizə hazırlıq, nümunənin hazırlanması**

Analizdən əvvəl tədqiq olunan məhsulu kalsium xlorid üzərində qurudub kağız filtdən süzülər.

#### **38.5. Analizin hazırlanması**

Anilin 12 saatdan az olmayaraq kalium hidrokسيد və ya natrium hidrokسيد üzərində qurudurlar. Sonra qovurlar və analiz üçün 183-184°C qaynayan fraksiyanı götürürlər. Normal etalon heptanla yoxladıqda təmizlənmiş anilin anilin nöqtəsi 69,3±0,2°C olmalıdır. Əgər anilin nöqtəsi göstərilən qiymətə uyğun gəlmirsə, anilini təkrar təmizləyirlər.

#### **38.6. Aromatik karbohidrogenlərin kənarlaşdırılması**

98±1% qatılıqlı sulfat turşusunun emalı benzindən aromatik karbohidrogenlərin kənarlaşdırılması yolu ilə aparılır. Ayırıcı qıfda tədqiq olunan benzin eyni həcmdə olan turşu ilə qarışdırılır (30sm<sup>3</sup> benzin və 30sm<sup>3</sup> turşu) və 10 dəqiqə ərzində otaq temperaturunda çalxalanır, hərdən bir qazı çıxartmaq üçün qıfın kranını açırlar. Emaldan sonra qarışığı durulmağa qoyurlar, turşunu açıb buraxırlar, benzini isə su ilə yuyub 10%-li qələvi məhlulu ilə neytrallaşdırırlar və neytral reaksiya alınana qədər yenidən distillə suyu ilə yuyurlar və kalsium xlorid üzərində qurudurlar. Sonra dearomatizasiya olunmuş məhsulun anilin nöqtəsini təyin edirlər.

#### **38.7. Anilin nöqtəsinin təyini**

Aromatikadan azad olunmuş benzinin anilin nöqtəsinin təyini bərabər həcmələr üsulu ilə aparılır. Anilin nöqtəsinin təyin etmək üçün cihazın daxili sınaq şüşəsinə pipet vasitəsi ilə 3ml anilin və 3ml benzin daxil edirlər. Sınaq şüşəsinin termometrli tıxacla bağlayırlar. Termometrin civə şarının ortası anilin və benzin təbəqələrini ayıran xətdə olmalıdır. Cihazı ştativin sıxacına bərkidib, su hamamına yerləşdirirlər. Su hamamını qarışdıraraq qızdırırlar. Təxmin edilən anilin nöqtəsinə 3-4°C qaldıqda sınaq şüşəsində temperaturun yüksəlmə sürətini elə saxlayırlar ki, göstəricini 0,1°C dəqiqliyi ilə təyin etmək olsun. Anilin nöqtəsinin təyini qarışdırıcının daimi qarışdırıl-

ması ilə aparılır. Sınaq şüşəsində məhlul tam bircinsli və şəffaf olduqda, su hamamını qızdırıcıdan götürürlər, yavaş-yavaş soyudaraq və qarışığı qarışdıraraq, məhlulun bütün kütləsində bir bərabərdə olan çöküntü alınanda (çöküntü termometrin şarikiini örtür) məhlulun bulanma vaxtının temperaturunu qeyd edirlər. Anilin nöqtəsinin iki paralel təyinin fərqi  $0,1^{\circ}\text{C}$  olana qədər təyini təkrarlayırlar. Dearomatizasiya olunmuş məhsulun anilin nöqtəsinə ( $T_1$ ) kimi üç təyinin orta temperaturunu götürürlər.

### 38.8. Nəticələrin hesablanması

Tədqiq olunan məhsulda naften karbohidrogenlərinin kütlə payını ( $X_1$ ) %-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X_1 = \frac{K_1 \cdot (T_n - T_1) \cdot (100 - X)}{100 \cdot \rho_4}$$

Burada:

- $T_n$  - təmiz parafin karbohidrogenlərin maksimal anilin nöqtəsi;
- $T_1$  - dearomizasiya olunmuş məhsulun anilin nöqtəsi;
- $K_1$  - naften karbohidrogenlərin hesabət əmsalı;
- $X$  - aromatik karbohidrogenlərin kütlə payı, % (xromatoqrafik üsulla təyin olunur)
- $\rho_4^{20}$  - piknometrik üsulla təyin olunmuş dearomatizasiya olunmuş benzinin sıxlığı.

Naften karbohidrogenlərin hesabət əmsalı  $K_1$  və  $T_n$ - təmiz parafin karbohidrogenlərin maksimal anilin nöqtəsi cədvəl 3-dən təyin olunur.

### Naften karbohidrogenləri hesablamaq üçün əmsallar və təmiz parafin karbohidrogenlərin maksimal anilin nöqtələri

Cədvəl 3

Benzinin orta qaynama t-u, $^{\circ}\text{C}$	Parafin karbo/ hid. hesabətı üçün $K_1$ əmsalı	Təmiz parafin karbo/ hid. anilin nöqtəsi, $^{\circ}\text{C}$ .
50,0	1,51	72,0
77,5	2,13	71,0
108,5	2,76	71,0
136,0	3,26	73,0
175,0	5,0	78,0

Benzinin qaynama temperaturu DÜİST 2177-66 görə qovma yolu ilə təyin edilir. Qovmanın hər 10%-dən temperaturlar qeyd olunur, başlanır 5%-dən; 15%; 25%;.....95%, alınan temperaturalar toplanır və 10 bölünür, alınan nəticə orta qaynama temperaturudur.

Parafin karbohidrogenlərin (normal və izo) kütlə payını ( $X_2$ ) % aşağıdakı düsturla təyin edirlər.

$$X_2 = 100 - (X + X_1)$$

Burada:

- $X$  - aromatik karbohidrogenlərin kütlə payı, %;  
 $X_1$  - naften karbohidrogenlərin kütlə payı, %;

İzoparafın karbohidrogenlərin kütlə payını ( $X_3$ ) %, aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X_3 = X_2 - X_4$$

Burada:

- $X_2$  - parafin karbohidrogenlərin cəminin kütlə payı, %;  
 $X_4$  - metodikaya görə təyin olunmuş normal parafin karbohidrogenlərin kütlə payı, %.

### **39. Birbaşa qovulmuş benzində normal-parafin və izoparafın karbohidrogenlərin təyini metodikası**

#### **39.1. Tətbiq olunan sahə və mahiyyəti**

Benzində n-parafinlərin və izo-parafinlərin miqdarı 5%-dən yuxarı olduqda bu metoddan istifadə olunur. Bu üsul qaz-daşıyıcı hidrogen axınında CaA siolitlərlə n-parafin karbohidrogenlərin seçici udulmasına əsaslanır. N-parafin karbohidrogenlərin miqdarını siolitnin çəkisinin artımı ilə təyin edirlər. İzoparafın karbohidrogenlərin miqdarını cəmi parafinlərin və n-parafinlərin fərqinə görə təyin edirlər. Parafinlərin cəmini TŞ 3800-1256-76 görə təyin edirlər.

#### **39.2. Cihazlar, materiallar və reaktivlər**

- N-parafin karbohidrogenləri təyin edən qurğu aşağıdakılardan ibarətdir: işçi temperaturu 500°C olan borulu soba işçi sahəsinin uzunluğu 150÷190mm; diametri 20÷30 mm; kalonkalar (perek süşəsi), tutucular.
- SPJ-250 tipli DÜİST 25336-82 qazları yumaq üçün süşə qab
- TL - 3 0÷500°C yüksək dərəcəli termometr

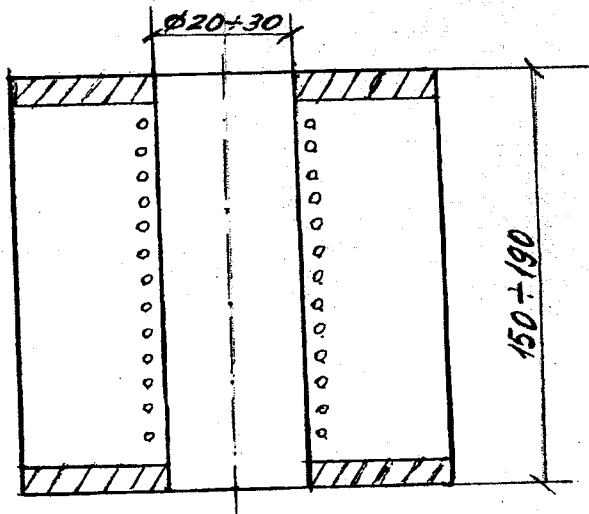
- DÜİST 3022-80 A markalı texniki hidrogen
- TŞ 38-102-81-80 CaA markalı siolit;
- TŞ 38-102-81-80 Na A markalı siolit və ya quruducu alüminium oksid TŞ 38-101-190-75 görə;
- nixrom taxma;
- BLP-200 və ya başqa analitik tərəzi;
- «Rekord» tipli 1 ya 2ml həcmli tibbi spirt, DÜİST 18-137-77

### 39.3. Nümunənin götürülməsi

Nümunəni quru, təmiz və qapalı bağlanan qaba yığırlar.

### 39.4. Analizə hazırlıq, kalonkaların hazırlanması

Aşağıdan başlayaraq kalonkaya 8-9 qram doldururlar: 10 mm-nixrom taxma, 90 mm CaA siolit, 40mm- nixrom taxma (nasadka).



Şəkil 39.2.1 Benzində n-parafin karbohidrogenlərini təyin edən qurğuda siolitlərin doldurulması sxemi.

### 39.5. Taxmanın (nasadkanın) regenerasiyası

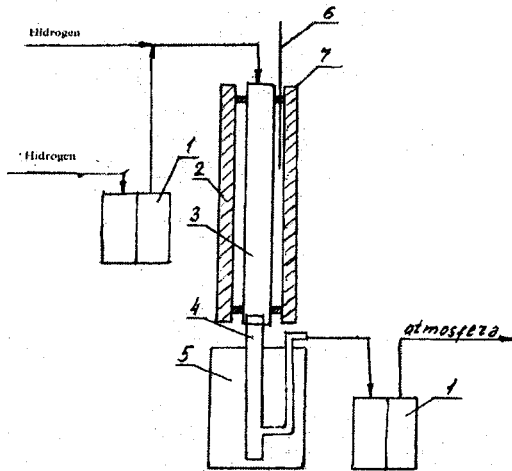
Hər analizdən sonra və kalonkaya hər yeni doldurulmuş CaA siolit partiyasını regenerasiya edirlər. Regenerasiyanı qurğuda aparırlar. 375-400°C-də temperaturla 0,2-0,8 qm<sup>3</sup>/saat sürətlə kalon-



kaya hidrogen verirlər. Regenrasiyanı 1 saat ərzində buxar aparıcı boruda maye yığılmayana qədər aparırlar.

### 39.6. Qurğunun işə hazırlığı

Şəkil 39.2.1-də göstərilən kimi qurğunu yığırlar. Daşıyıcı qaz kimi balondakı hidrogendən istifadə edirlər. Kalonkadan əvvəl hidrogen xəttində siolit NaA və ya KA-3M və ya  $Al_2O_3$ -lə yüklənmiş şüşə qaba yerləşdirirlər.



Şəkil 39.2.2 Benzində n-parafin və izo parafin karbohidrogenlərini təyin edən qurğu. 1) boş qab; 2) Na A markalı siolit; 3)  $Al_2O_3$ ; 4) ayırıcı; 5) qızdırıcı; 6) termometr; 7) Ca A markalı siolit;

### 39.7. Analizin aparılması

- DÜST 2177-66-ya görə benzinin son qaynama temperaturunu təyin edirlər.
- DÜST 3900-47 görə  $20^{\circ}C$ -də benzinin sıxlığını təyin edirlər.
- Analiz üçün lazım olan nümunənin kütləsini hesablayırlar. N-parafinləri udduqdan sonra siolitlərin yol verilən çəki artımı 2%-dən yuxarı olmamalıdır. Nümunənin həcmi (V) aşağıdakı düsturla təyin edirlər.

$$V = \frac{m \cdot 2}{\pi \cdot x} \quad (1)$$

Burada:

- $m$  - kalonkaya yüklənmiş siolitlərin kütləsi, qram;  
 $2$  -  $n$ -parafinləri udduqdan sonra siolitlərin yol verilən çəki artımı;  
 $x$  - nümunədə təxmin edilən parafinlərin miqdarı, %;  
 $p$  -  $20^{\circ}\text{C}$ -də nümunənin sıxlığı,  $q/\text{sm}^3$ .

Hazırlanmış kalonkanı 0,0002 qram dəqiqliyi ilə çəkirlər, şpris vasitəsi ilə kalonkanın yuxarı hissəsinə yenidən eyni dəqiqliklə çəkirlər. Nümunə ilə kalonkanı sobaya yerləşdirib, tutucu ilə birləşdirirlər və  $0,2 \text{ dm}^3/\text{saat}$  sürətlə kalonkaya hidrogen verməyə başlayırlar. Qızdırıcını latrla tənzimləyərək kalonkanın temperaturunu  $15-20$  dəqiqəyə işçi temperaturuna çatdırırlar və 5 dəqiqədə bu temperaturda saxlayırlar. İşçi temperatur benzinin son qaynama temperaturundan  $10-20^{\circ}\text{C}$  çox olmalıdır. Sonra kalonkanı yuxarı qaldıraraq onun aşağı hissəsini 1 dəqiqə qızdırıcı zonada saxlayırlar. Kalonkanı sobadan çıxarıb, onun çıxışını tıxaclı rezin şlanqla bağlayırlar və az bir artıq təzyiqdə otaq temperaturuna qədər soyudurlar. Hidrogen verilən xətdən ayırırlar və 0,0002 qram dəqiqliyi ilə çəkilir.

### 39.8. Nəticələrin hesablanması:

$N$ -parafin karbohidrogenlərin kütlə payını %-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X_4 = \frac{a_3 - a_1}{a_2 - a_1} \cdot 100$$

Burada:

- $a_1$  - nümunə daxil olmadan kalonkanın kütləsi, qram;  
 $a_2$  - nümunə ilə birgə kalonkanın kütləsi, qram;  
 $a_3$  -  $n$  - parafinləri udduqdan sonra kalonkanın kütləsi, qram.

İzoparafin karbohidrogenlərin kütlə payını %-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X_3 = X_2 - X_4$$

Burada:

- $X_2$  - parafin karbohidrogenlərin cəminin kütlə payı %-lə TŞ 38-001-256-76 görə təyin edilmiş;  
 $X_4$  -  $n$ -parafin karbohidrogenlərin kütlə payı, %.

## 40. Dövr edən qələvidə və qələvili çirkab sularında natrium karbonatın təyini metodikası

### 40.1. Məqsəd və mahiyyəti:

Bu üsul dövr olunan qələvidə və qələvili çirkab sularında natrium karbonatın təyində istifadə olunur. Bu üsul karbonatı barium xloridlə çökdürülməsinə və barium karbonatın çöküntüsünü xlorid turşusu ilə həll olunmasına və barium karbonatın miqdarını əks titirlənmə yolu ilə təyininə əsaslanır. Analizə sərf olunan vaxt 2 saatdır.

### 40.2. Qablar və reaktivlər

- 4-1-25 büret;
- K<sub>H</sub>1-250-29/32 kolba;
- xlorid turşusu 0,1n məhlulu;
- Barium xlorid, 1%-li sulu məhlul və 10%-li ammonyaqla doydurulmuş sulu məhlul;
- sulu ammonyak;
- natriumhidroksid 0,1n məhlulu və 20%-li məhlul
- tərkibində karbon turşusu olmayan distillə suyu;
- metiloranj 0,1% Sulu məhlul;
- fenolftalein 1%-li spirtli məhlul.

### 40.3. Məhlulların hazırlanması

Ammonyaqla doldurulmuş 10% barium xlorid məhlulu. 100 qram barium xloridi 800 sm<sup>3</sup> qaynayan distillə suyunda həll edirlər. Soyuduqdan sonra 100 sm<sup>3</sup> sulu ammonyak əlavə edib qabı natriumlu əhəng borulu tıxacla bağlayırlar. 10-12 saatdan sonra məhlulu tez süzülər (göy filtirlə). Karbon turşusunda azad və ammonyaqla doldurulmuş barium xlorid məhlulunu germetik bağlı qabda saxlayırlar. Tərkibində karbon turşusu olmayan distillə suyu: distillə suyunu kolbada qızdırıb 30 dəqiqə iri qabarcıqlar çıxana qədər qaynadırlar. Sonra kolbanı tıxacla bağlayırlar, tıxaca şüşə boru taxılıb və bu boru rezin boru vasitəsi ilə içində 20%-li natrium hidroksid, kalium hidroksid məhlulu olan yuyucu qaba birləşir.

### 40.4. Analizin aparılması

10sm<sup>3</sup> analiz olunan nümunəni 250sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbasına yerləşdirib, həcmi distillə suyu ilə 250sm<sup>3</sup> çatdırırlar və qarışdırırlar.

Alınan məhlulun 10 sm<sup>2</sup> əvvəlcə içinə 50 sm<sup>3</sup> distillə suyu tökülmüş 250 sm<sup>3</sup> həcmli kolbaya daxil edirlər. 10sm<sup>3</sup> 10% barium xlorid məhlulunu əlavə etməklə karbon turşusunu çökdürürlər, kolbanı tıxacla bağlayırlar, məhlulu durulaşmaya qoyurlar. Barium karbonat çöküntüsünü sıx filtirdən «göy lent» süzülür. Kolbanı və filtirdəki çöküntünü fenolftaleinə görə qələvilik itənə qədər 1%-li barium xlorid məhlulu ilə yuyurlar. Çöküntü ilə birgə filtri çökmə aparılan kolbaya yerləşdirirlər, üzərinə 50sm<sup>3</sup> distillə suyu və 20sm<sup>3</sup> 0,1n xlorid turşusu məhlulu əlavə edirlər. Karbon turşusunu kənarlaşdırmaq üçün məhlulu 3-5 dəqiqə qaynadırlar, 2-3 damcı metiloranj əlavə edib 0,1n natrium hidrokسيد məhlulu ilə titirləyirlər. Eyni şəraitdə kontrol təcrübə aparırlar, analiz olunan məhsuldan başqa, bütün reaktivlərdən istifadə olunur. Analiz üçün nümunənin iki paralel çəkisi (həcmi) götürülür.

#### 40.5. Nəticələrin işlənməsi

Natrium karbonatın kütlə payını (X) %-lə və kütlə payını (X<sub>1</sub>) q/dm<sup>3</sup> 1 və 2 düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{(B_1 - B_2) \cdot 0,0053 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10 \cdot \pi} = \frac{1,325(B_1 - B_2)}{\pi} \quad (1)$$

$$X_1 = \frac{(B_1 - B_2) \cdot 0,0053 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10} = 13,25(B_1 - B_2) \quad (2)$$

Natrium oksidə hesablanmış natrium karbonatın kütlə payını (X<sub>2</sub>)-lə və natrium oksidə hesablanmış natrium karbonatın kütlə payını (X<sub>3</sub>) q/dm<sup>3</sup> 3 və 4 düsturlarla hesablayırlar:

$$X_2 = \frac{(B_1 - B_2) \cdot 0,0031 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10 \cdot \pi} = \frac{0,775(B_1 - B_2)}{\pi} \quad (3)$$

$$X_3 = \frac{(B_1 - B_2) \cdot 0,0031 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10} = 7,75(B_1 - B_2) \quad (4)$$

Burada:

*V*<sub>1</sub> - kontrol nümunənin titirlənməsinə sərf olunan 0,1n natrium hidrokسيدin həcmi, sm<sup>3</sup>;

*V*<sub>2</sub> - analiz olunan nümunənin titirlənməsinə sərf olunan 0,1n natrium hidrokسيدin həcmi, sm<sup>3</sup>;

0,0053 - 0,1n natrium hidrokسيد məhlulunun 1sm<sup>3</sup> ekvivalent olan natrium karbonatın kütləsi, qram;

0,0031 - 0,1n natrium hidrokسيد məhlulunun 1sm<sup>3</sup> ekvivalent olan

## **41. Kompleksonometrik üsulu ilə ümumi dəmirin təyini metodikası**

### **41.1. Məqsəd və mahiyyət**

Üsul passivasiya vaxtı istilik təsərrüfatın yuyucu sularında, kütlə qatılıqları  $3\text{mq}/\text{dm}^3$  və çox olan, həll olunmuş 2 və 3 valentli dəmirin təyində istifadə olunur. Üsul indiqatorun iştirakı ilə  $\text{pH}=1,5\div 2$ -də kompleksometrik üsulu ilə  $\text{Fe}^{+3}$  təyininə əsaslanır.

### **41.2. Kimyəvi qablar və reaktivlər**

- $K_H$  tipli  $250,500\text{sm}^3$  həcmli konusvari kolbalar;
- $1,2,10\text{sm}^3$  həcmli pipetlər;
- $100; 1000\text{sm}^3$  həcmli ölçü kolbaları;
- universal indiqator kağızı;
- 10% -li ammonyak məhlulu;
- 0,1n xlorid turşusu məhlulu;
- 20%-li sulfosalisil turşusunun məhlulu;
- 0,1n və 0,01n trilon «B» məhlulu
- 10%-li hidrogen peroksid;
- külsüz filtrlər (qırmızı lent)

### **41.3. Analizin gedişi**

Üç valentli ( $\text{Fe}^{+3}$ ) dəmir ionlarının təyini.  $250\text{ sm}^3$  həcmli konusvari kolbaya  $1-10\text{sm}^3$  əvvəlcədən süzölmüş analiz olunan nümunəni daxil edirlər, həcmi distillə suyu ilə  $10\text{sm}^3$ -ə çatdırırlar, kolbadakı məhlulun  $\text{pH}$ -nı universal indiqator kağızına görə qatı xlorid turşusu ilə (1-2 damcı) 1-ə çatdırıb, qaynayana qədər qızdırırlar. Kolbadakı məhlulun həcmi distillə suyu ilə  $100\text{ sm}^3$  çatdırırlar və turşuluğu  $\text{pH}$  1,5-2-yə qədər 10%-li ammonyak məhlulu ilə neytrallaşdırırlar və yenidən qaynayana qədər qızdırırlar,  $2\text{sm}^3$  20%-li sulfosalisil turşusu məhlulunu əlavə edirlər və bənövşəyi rəng sarı rəngə keçənə kimi  $0,01\text{n}$  və ya  $0,1\text{n}$  trilon «B» məhlulu ilə titirləyirlər.

### **41.4. Dəmirin ümumi ( $\text{Fe}^{+3}$ və $\text{Fe}^{+2}$ ) miqdarının təyini**

$250\text{sm}^3$  həcmli konusvari kolbaya  $1-10\text{sm}^3$ , əvvəlcədən süzölmüş, analiz olunan məhsul nümunəsini daxil edirlər, həcmi distillə suyu ilə  $10\text{sm}^3$ -ə çatdırırlar 1-2 damcı qatı xlorid turşusu, 1-2 damcı

hidrogen peroksid əlavə edirlər və ikivalentli ( $\text{Fe}^{+2}$ ) dəmiri üç valentliyə ( $\text{Fe}^{+3}$ ) oksidləşdirmək üçün 2-3 dəqiqə qaynadırlar, kolbadakı həcmi distillə suyu ilə  $100\text{sm}^3$ -ə çatdırırlar. Sonra 10%-li ammonyak məhlulu ilə məhlulun pH-nı 1,5-2-yə çatdırırlar və sonrakı əməliyyatları yuxarıda göstərilən kimi aparırlar.

#### 41.5. Nəticələrin hesablanması:

Kütlə qatılığını üçvalentli dəmirin ( $X$ )  $\text{mq/dm}^3$  və ümumi dəmirin ( $X_1$ )  $\text{q/dm}^3$  aşağıdakı düsturla təyin edirlər.

$$X = \frac{a_1 \cdot C \cdot K \cdot 28 \cdot 1000}{V};$$

$$X_1 = \frac{a_H \cdot C \cdot K \cdot 1000}{V}$$

Burada;

- $A_1$  -  $\text{Fe}^{+3}$  ionların titirlənməsinə sərf olunan trilon «B» məhlulunun həcmi,  $\text{sm}^3$ ;
- $a_H$  - ümumi dəmirin titirlənməsinə sərf olunan trilon «B» məhlulunun həcmi,  $\text{sm}^3$ ;
- $C$  - trilon «B» məhlulunun nominal qatılığı;
- $K$  - 0,01n və 0,001n trilon «B» məhlulunun nominal qatılığının düzəliş əmsali;
- 28 - dəmirin ekvivalent kütləsi;
- $V$  - analiz olunan suyun həcmi,  $\text{sm}^3$ .

İkivalentli dəmirin kütlə qatılığını ( $X_2$ )  $\text{mq/dm}^3$ , ümumi dəmirin kütlə qatılığı ( $X_1$ ) və üçvalentli dəmirin kütlə qatılığının ( $X$ ) fərqindən təyin edirlər:

$$X_2 = X_1 - X$$

## 42. İlkin metil spirtində metanolun təyini metodikası

### 42.1. Məqsədi və mahiyyəti

Üsul - ilkin metil spirtində metanolun təyini üçün istifadə olunur. Üsul metanolun tərkibində suyun «Fişer» reaktivi ilə titirlənməsinə əsaslanır. Metanolun miqdarı fərqli görə təyin olunur.

## 42.2. Aparatlar, kimyəvi reaktivlər və qablar

«Fişer» üsulu ilə qazlarda suyun elektrometrik titirlənməsi üçün cihaz. Bu cihaz olmadıqda sxemi şəkil 42.2.1 və 42.2.2 -də göstərilən, elektrometrik titirlənmə üçün laboratoriya qurğusunda analiz aparırlar. Qurğunun birləşmələri şlifli olmalıdır. Birləşdirən borular şüşədən, metaldan, politetraftor etiləndən və ya butilkauçukdan hazırlanmalıdır.

Qurğunun tərkibində olanlar:

- 250sm<sup>3</sup> həcmli titirlənmə üçün kolba;
- EMA ya da başqa tipli maqnit qarışdırıcı, fırlanma sürəti 150-300 dövr/dəqiqə;
- 7-2-10 «Fişer» reaktivi üçün tünd şüşə qablı büret;
- QCB-400 tipli qaz sayğacı;
- 0,6-1,5 mm diametrli platin elektrodları, kolbanın içindəki uzunluğu 20 mm-ə yaxın olmalıdır;
- su üçün pipet;
- müxtəlif tipli mikroşpris;
- siolitləri közərtmək üçün mufel sobası;
- saniyə ölçən;
- 120°C temperaturu təmin edən quruducu şkaf;
- Tərkibində suyun payı 0,05% çox olmayan həlledicilər;
- Metanol-zəhərlidir. Metanolu susuzlaşdırma ilə hazırlayırlar və həmin metanolu siolitlərlə kip bağlanan şüşə qablarda saxlayırlar;
- qaz quruducuları: NA-3M və ya KA-3M markalı 350-400° C 6 saat ərzində közərdilmiş siolitlər; aktiv alüminium oksidi;
- susuz maqnezium xlorid (anhidron);
- fosfor anhidridi;
- sənayedə istehsal olunan və ya DÜİST 14870-77 görə hazırlanmış «Fişer» reaktivi 0,7-1 mq/sm<sup>3</sup> titrə qədər durulaşdırılmış;
- 50°C şəh nöqtəsinə qədər qurudulmuş texniki azot qazı. Azotu qurutmaq üçün onu 100-150sm<sup>3</sup>/dəq. sürətlə regenerasiya olmuş siolitlərlə doldurulmuş, diametri 30-40mm, hündürlüyü 300-400mm olan, kalonkadan keçirirlər. Siolitlərin regenerasiyasını quru azotun axınında 350-400°C temperaturda 6 saat aparırlar.

- indikator selikaqel
- siatim 205 və ya vakkum sürtgü yağı

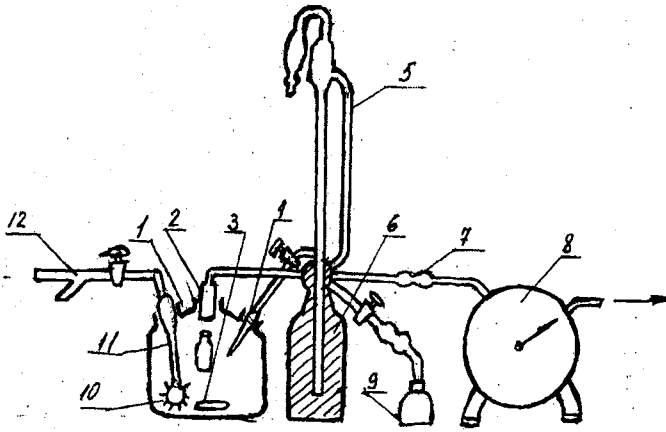
### 42.3. Metanolda su məhlulunu belə hazırlayırlar

100sm<sup>3</sup> həcmli quru ölçü kolbasında 0,0002 qram dəqiqliklə 0,3 sm<sup>3</sup> su çəkib 20 dəqiqə termostatda 20°C temperaturda saxlanmış metanola həcmi 100sm<sup>3</sup>-ə çatdırırlar və qarışdırırlar. «Fişer» reaktivini hər dəfə titrini təyin etdikdə hazırlanmış məhlulu 20 dəqiqə termostatda 20°C - də saxlayırlar. «Fişer» reaktivinin titrinin müəyyən edilməsini və suyun təyini elektrometrik titirləmə ilə aparırlar. Bütün istifadə olunan aparatlar maksimal susuzlaşdırılmalıdır, havadan və nəmliyin düşməsindən qorunmalıdır. Bunun üçün şliffəlməmiş tıxaclı kolbaları və büksləri etil spirti ilə və ya asetonla yaxalayıb 110°C-də termostatda qurudurlar və anhidron və ya başqa quruducularla doldurulmuş eksikatorlarda saxlayırlar, büretləri və pipetləri istifadədən əvvəl etil spirti və ya asetonla yaxalayıb quru azotun axınında qurudurlar. Cihazı yığıqda şlanq birləşmələrdən mümkün qədər az istifadə etmək lazımdır. «Fişer» reaktivinin dozalaşdırılması mümkün qədər dəqiq olmalıdır. «Fişer» reaktivini ilə suyun titirlənməsinə cihazın hermetikliyi ilə bərabər platin elektrodların keyfiyyəti də çox təsir edir, istifadə olunduqca oksid və ya başqa bir pilyonka ilə örtülə bilər, nümunənin tərkibindən asılı olaraq onlar həssaslığını (passivləşər) itirər. Çirklənmiş elektrodları 10%-li azot turşusu məhlulu ilə yuyub ardıcıl olaraq 10%-li ammoniyak məhlulu, su və efir spirti ilə yaxalayıb hava və ya azot axınında qurudaraq bərpa edirlər. Aparaturanı hava nəmliyindən qoruyan quruducuları tez-tez dəyişmək lazımdır (sütkada 1 dəfə)



**Şəkil 42.2.1.** 1) tıxac; 2) diametri 5 mm uzunluğu 20 mm olan rezin boru; 3) tibbi şprisin iynəsi.





Şəkil 42.2.2. İlkil metil sipirtində metanolun təyini sxemi

- 1) titirləmə kolbası; 2) rezin tıxac; 3) maqnit qarışdırıcı;  
 4) damcılandırıcı; 5) büret; 6) reaktiv Fişeri saxlamaq üçün şüşə qab;  
 7) seikagel- indikatoru quruducu borular; 8) qaz saxlamaq üçün şüşə qab;  
 9) rezin armudcuq; 10) platin elektrodlar; 11) barometr; 12) üç yollu boru.

#### 42.4. Analizə hazırlıq

Suyun titri  $0,7-1,0 \text{ mEq/sm}^3$  olan «Fişer» reaktivinin hazırlanması. «Fişer» reaktivi iki butulkadan ibarət olan komplekt şəklində buraxılır; birincinin içində - piridində kükürd iki oksidin ( $\text{SO}_2$ ) məhlulu; ikincinin içində isə metanolda yod məhlulu.  $0,7-1,0 \text{ mEq/sm}^3$  titirli «Fişer» məhlulu hazırlamaq üçün  $1,2-1,5 \text{ dm}^3$  həcmli şlifli tıxaçlı tünd rəngli şüşə qaba birinci butulkadan  $100 \text{ sm}^3$  məhlul və ikincidən  $217 \text{ sm}^3$  məhlul tökülür. Sonra üzərinə  $683 \text{ sm}^3$  qurudulmuş metanol əlavə edib qarışdırırlar və bir sutka saxlayırlar. Sonra reaktivi cihaza töküb titri təyin edirlər.

#### 42.5. «Fişer» reaktivinin titrinin təyini

Ekvivalent nöqtəsini təyin etmək üçün elektrik sxeminin düzgün göstəricilərinə uyğun olmalıdır. «Fişer» reaktivin titrinin təyin edilməsindən əvvəl qurğunun hermetikliyini ekvivalent nöqtəsinə görə yoxlayırlar və 3 dəqiqə saxlanılmalıdır. Titrin təyində məhlulun qarışdırma sürəti analiz aparıldığı sürətə uyğun olmalıdır. «Fişer» reaktivinin titrini suyun çəkisinə görə və ya metanolda suyun

məhluluna görə təyin edirlər. «Fişer» reaktivinin titrini suyun çəkisi ilə təyin etdikdə pipetdən istifadə olunur.

#### 42.6. Suyun çəkisinə görə «Fişer» reaktivinin titrinin təyini

Quru titirləmə kolbasına  $10\text{sm}^3$  qurudulmuş metanol töküb ekvivalent nöqtəsinə qədər «Fişer» reaktivi ilə titirləyirlər. Sonra  $5-10\text{sm}^3$  əvvəlcədən  $0,0002$  qram dəqiqliyi ilə çəkilmiş damcılایıcıdan filtirləmə kolbasına 1 damcı su əlavə edirlər və damcılایıcıyı yenidən çəkirlər, çəkilər arası fərqlərə görə damcının kütləsini təyin edirlər. Kolbadakı məhlulu qarışdırırlar və ekvivalent nöqtəsinə qədər «Fişer» reaktivi ilə titirləyirlər.

«Fişer» reaktivinin titri (T)  $1\text{sm}^3$  «Fişer» reaktivində suyun kütləsi mq-la, mq  $\text{H}_2\text{O}/\text{sm}^3$  aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$T = \frac{m \cdot 1000}{V}$$

Burada:  $m$  - su damcısının kütləsi;  
 $V$  - titirləməyə sərf olunmuş «Fişer» məhlulunun həcmi,  $\text{sm}^3$ .

#### 42.7. Metanolda suyun məhluluna görə «Fişer» reaktivinin titrinin təyini

Quru titirləmə kolbasına  $10\text{sm}^3$  metanolda su məhlulu yerləşdirib ekvivalent nöqtəsinə qədər «Fişer» reaktivi ilə titirləyirlər. Eyni zamanda, su məhlulu hazırlanmasında istifadə olunan və  $20^\circ\text{C}$  termostatda saxlanılan  $10\text{sm}^3$  metanolu titirləyirlər.

«Fişer» reaktivinin titrini ( $T_1$ ) mq  $\text{H}_2\text{O}/\text{sm}^3$  aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$T_1 = \frac{m \cdot 1000}{(V - V_1) \cdot 10};$$

Burada:

$m$  - metanolu su məhlulu hazırlanması üçün götürülmüş su kütləsinin çəkisi, qram;  
 $V$  -  $10\text{sm}^3$  metanolu su məhlulunun titirlənməsinə sərf olunan «Fişer» reaktivi həcmi,  $\text{sm}^3$ ;  
 $V_1$  -  $10\text{sm}^3$  metanolun titirlənməsinə sərf olunan «Fişer» reaktivinin həcmi,  $\text{sm}^3$ ;

Analizi aparmazdan əvvəl «Fişer» reaktivin titrini hesablayıb mq/ $\text{sm}^3$  təyin edirlər.

#### 42.8. Analizin aparılması

Quru titirləmə kolbasına metanol həlledici (qurudulmuş) və qarışdırıcını yerləşdirirlər. Elektrodlar metanola tam batmamalıdır, qarışdırıcı isə elektrodla toxunmamalıdır. Qarışdırıcını işə salıb, elektrik dövrüesini qapayırlar və metanolu (həlledicini) «Fişer» reaktivi ilə titirləyirlər. Titirləmənin əvvəlində «Fişer» reaktivini saniyədə bir damcı sürətlə əlavə edirlər, bu zaman ampermetrin əqrəbi sıfır göstəricisindən aralanır. Sonra reaktivi əlavə etdikdə ampermetrin əqrəbi başlayır tərپənməyə, bu halda «Fişer» reaktivini 5 saniyədə 1 damcı sürəti ilə əlavə edirlər, ekvivalent nöqtəsinə çatana yaxın 10 saniyədə 1 damcı sürətlə əlavə edirlər. Mikroampermetrin əqrəbi 1 dəqiqə (saniyəölçənli) şkalanın müəyyən dərəcəsinə dayanana qədər titirləməni davam etdirirlər. Reaktivin əlavə etməsini qurtardıqdan sonra titirləmənin düzgünlüyünü yoxlayırlar. Bunun üçün maqnit qarışdırıcını saxlayırlar və saniyə ölçənə baxılır ki, neçə vaxta mikroampermetrin əqrəbi ilkin vəziyyətə qayıtmayacaq. Əqrəb bu vəziyyətdə 15 saniyyə qədər qalmalıdır. Sonra titirləmə kolbasına yan ştuserdən analiz olunan metanol nümunəsini 10-15 qram və ya 13-16 sm<sup>3</sup> əlavə edirlər. Maqnit qarışdırıcısını işə salırlar 1-2 dəqiqə qarışığı qarışdırıb yuxarıda göstərilən kimi «Fişer» reaktivi ilə titirləyirlər. Titirləmənin düzgünlüyünü yoxladıqdan sonra metanol nümunəsinin titirlənməsinə sərf olunan «Fişer» reaktivinin həcmi qeyd edirlər.

#### 42.9. Nəticələrin işlənməsi

Suyun kütlə payını (X) %-lə aşağıda göstərilən 2 düsturdan biri ilə hesablamaq olar.

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m \cdot 1000}; X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{\rho \cdot 20 \cdot 100}$$

Burada:

- X - analiz olunan nümunənin titirlənməsinə sərf olunan «Fişer» reaktivinin həcmi, sm<sup>3</sup>;
- T - «Fişer» məhlulun titri, mqH<sub>2</sub>O /sm<sup>3</sup>;
- V - analiz olunan metanolun həcmi, sm<sup>3</sup>;
- m - analiz olunan metanolun kütləsinin çəkisi, qram;
- $\rho$  - analiz olunan metanolun sıxlığı, q/sm<sup>3</sup>.

### 43. Etilendə ammoniyakın təyini metodikası

#### 43.1. Məqsəd və mahiyyət

Üsul - etilendə ammoniyakın təyində istifadə olunur. Üsul qazda olan ammoniyakın 0,02n qatılıqlı sulfat turşusu ilə absorb-siyasına və sonra "Nessler" və ya "Nessler-Vinkler" reaktivin köməyi ilə kolorimetrik təyininə əsaslanır.

#### 43.2. Cihazlar, kimyəvi reaktivlər və qablar

- 435nm dalğanın uzunluğunda optiki sıxlığının ölçüsünə imkan verən KFO, KFK və ya başqa markalı fotokalorimetrlərdən istifadə olunur;
- QCB-400 qaz sayğacı;
- POR100 mkm məsaməli şüşə filtrli uducu şüşə qabları;
- 2-100-2, 2-1000-2 ölçülü kolbaları;
- 2-1-10 ölçülü pipetlər;
- BH-100 stəkan;
- 0,002n və qatı sulfat turşusu;
- Nesler reaktivi və ya iki yodlu civə, kalium yod və 10% natrium hidroksid;
- ammonium nitrat;
- distillə suyu;

#### 43.3. Reaktivlərin və reagentlərin hazırlanması

Tərkibində ammoniyak və ammonium duzları olmayan distillə suyu götürülür. 500 sm<sup>3</sup> distillə suyunu yumrudibli kolbaya daxil edirlər, üzərinə 0,5 sm<sup>3</sup> qatı sulfat turşusu əlavə edib 400sm<sup>3</sup> mayeni qovurlar, ilkin 100sm<sup>3</sup> distilyatı kənara tullayırlar. Tərkibində ammoniyak və ammonium duzları olmayan distillə suyunu tıxacla bağlanan kolbada saxlayırlar. 0,01mq/sm<sup>3</sup> kütlə qatılıqlı ammoniyak məhlulu (məhlul I) 0,0002 qram dəqiqliklə çəkilməmiş 0,047 qram ammonium nitratı ölçü kolbasında 1 litr suda həll edirlər.

#### 43.4. «Nessler» reaktivinin hazırlanması

2,5 qram kalium yodu 5sm<sup>3</sup> suda həll edirlər, 3,5 qram yodlu civə əlavə edib tam həll olana qədər qarışdırırlar. Alınan məhlulun həcmi su ilə 30sm<sup>3</sup>-ə çatdırırlar, 70sm<sup>3</sup> natrium hidroksid məhlulu əlavə edərək 2-3 sutka saxlayırlar. Dekantasiya yolu ilə şəffaf

məhlulu çöküntüdən ayırırlar, məhlul rezin tıxaçı şüşə qabda qaranlıq yerdə saxlayırlar.

#### 43.5. Dərəcəli qrafikin qurulması

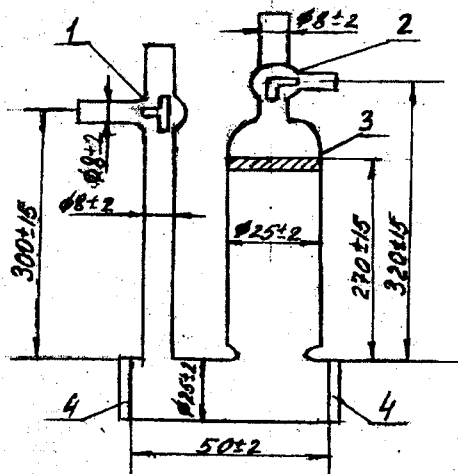
Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün  $100\text{sm}^3$  həcmli ölçü kolbalarına 1;2;3;4;... $10\text{sm}^3$  I məhlulu daxil edirlər, hərəsinə  $2\text{sm}^3$  «Nessler» reaktivi əlavə edirlər və su ilə həcmi  $100\text{sm}^3$  çatdırırlar 2-3 dəqiqədən sonra suya görə alınan məhlulların optiki sıxlığını işıqudma qatın qalınlığı 20mm olan küvetlərdə 435nm dalğa uzunluğunda ölçürlər. Alınan göstəricilərə görə dərəcəli qrafiki qururlar, absis oxunda ammoniyakın kütləsini qeyd edirlər, ordinat oxunda isə ona uyğun olan optiki sıxlığın qiymətini tapırlar.

#### 43.6. Nümunənin götürülməsi

Nümunəni qaz axını xəttindən götürürlər.

#### 43.7. Analizin aparılması

İçərisində  $50\text{sm}^3$  0,02n qatılıqlı sulfat turşusu olan iki ardıcıl qoşulmuş uducu qablardan  $50\text{dm}^3/\text{saat}$  sürətlə  $40\text{ dm}^3$  az olmayan etileni keçirirlər.



Şəkil 43.7.1 Etiləndə ammoniyakın təyini sxemi. 1) üç yollu kran; 2) üç yollu oraqvari kran; 3) şüşə filtir; 4) optik şüşələr.

Qazın sürətini və sərfini qaz sayğacının köməyi ilə ölçürlər. Qablardakı məhlulları stəkana boşaldırlar və həll olunmuş hidrogen sulfidi kənarlaşdırmaq üçün  $70\text{sm}^3$  qədər qovurlar. Qovduqdan sonra qalığı  $100\text{sm}^3$  ölçü kolbasına keçirirlər,  $2\text{sm}^3$  «Nessler» reaktivi əlavə edirlər və həcmi su ilə  $100\text{sm}^3$  çatdırırlar. 2-3 dəqiqədən sonra suya görə alınan məhlulun optiki sıxlığını işıqudma qatın qalınlığı  $20\text{mm}$  olan küvetlərdə  $435\text{ nm}$  dalğa uzunluğunda ölçürlər.

#### 43.8. Nəticələrin işlənməsi

Ammonyakın həcm payını (X)% -lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 22,4}{V \cdot 17,03 \cdot 1000}$$

Burada:

- m* - dərəcəli qrafikə görə təyin olunmuş ammonyakın kütləsi, mq;  
*V* - keçirilən qazın həcmi,  $\text{dm}^3$ ;  
 17,03 - ammonyakın molekulyar kütləsi, qram.

### 44. Kalorimetrik üsulla etiləndə və propiləndə oksigenin təyini metodikası

#### 44.1. Məqsəd və mahiyyət

Üsul - Etilen məhsulunda, propilen məhsulunda və soyuducu tsiklində istifadə olunan etiləndə oksigenin təyini üçün istifadə olunur. Üsul analiz olunan qazdakı bir valentli misin ammonyak kompleksinin oksigenlə oksidləşməsinə və alınan göy rəngli iki valentli kompleksin rəngin intensivliyinə görə kolorimetrik üsulla təyin olunmasına əsaslanır. Analiz olunan qazların tərkibində asetilen olduqda ( $0,003$ həcm %-dən az) analizdən əvvəl onu kalium yodomerkurator və ya gümüş nitratın ammonyaklı məhlulu ilə təmizləyirlər.

#### 44.2. Lazım olan kimyəvi reaktivlər və avadanlıqlar

- Oksigenin təyində istifadə olunan küvet üç hissədən ibarətdir: içinə qaynaq olunmuş şüşə filtirli (filtirin məsəməsi 2) və üç yollu kranlı barbotaj borusundan, optik şüşəli (CF-44 və ya CF-5 tipli spektrofotometrədən) yastı paralel pəncərəli optiki his-

- sədən, qliftal və ya epoksid qətranı ilə dirəyə birləşdirilmiş üç yollu oraş şəkili kranlı ötürücü borudan ibarətdir;
- Küvetin optiki hissəsinin ölçüləri fotokalorimetrin küvet saxlayan hissəsinə uyğun olmalıdır, onun həcmi dəqiq bilinməlidir (bunun üçün küveti suyun dəqiq ölçülmüş həcmi ilə doldurub, işarə qoyurlar);
  - KFK və ya KFO kalorimetrylər küvetlərin quraşdırılmasına aşağıdakı üsulla uyğunlaşdırırlar: cihaza küvetlər qoyulan qapağın pəncərəsini çıxarıb, pəncərənin və küvetlərin ölçülərini nəzərə alaraq hazırlanmış, işıqkeçirməyən örtük quraşdırırlar;
  - 5dm<sup>3</sup> həcmli qazometr və ya QSB-400 barabanlı qaz sayğacı;
  - su hamamı;
  - oda davamlı şüşədən 1,5-5 dm<sup>3</sup> həcmli yastıdibli qab;
  - 2-100-2 və 2-1000-2 kolbalar;
  - 6-2-10, 2-2-20 pipetlər;
  - ammonium xlorid;
  - sulu ammoniyak;
  - diametri 1 mm-dən az olan yumru elektrotexniki mis sim;
  - vazelin yağı;
  - bir xlorlu mis;
  - distillə suyu;
  - 0,05 n 5 sulu mis sulfatın (CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O) ammoniyaklı məhlulu;
  - hissəciklərin ölçüsü 1-4 mm olan pirolüzit filtr;
  - A və B markalı hidrogen, əla növlü texniki azot 1-ci növ azotdan, oksigendən filtirdən təmizləndikdən sonra istifadə etmək olar. 100sm<sup>3</sup> həcmli pirolüzitlə doldurulmuş silindrik formalı qıfı cihazın girişində (küvetlə), azot xəttinə hermetik birləşdirirlər.

#### **44.3. Məhlulların hazırlanması**

Ammoniyaklı uducu məhlulunun hazırlanması. Yastı dibli oda-davamlı qaba mis naqili yerləşdirirlər, 900sm<sup>3</sup> distillə suyu, 12 qram birxlorlu mis, 36 qram ammonium xlorid və 100-150 sm<sup>3</sup> ammoniyak məhlulu əlavə edirlər. Mis naqili əvvəlcədən yağsızlaşdırırlar və ammonium xlorun məhlulu və sulu ammoniyakla yuyurlar. Atmosferdən oksigenin uducu məhlullara düşməsinin qarşısını almaq üçün məhlulu vazelin yağı təbəqəsi ilə qoruyurlar. 70°C temperatura qədər qızdıraraq məhlulu rəngsizləşdirirlər.

#### **44.4. 0,05N 5 sulu mis sulfatın standart məhlulunun hazırlanması**

12,486 qram mis sulfatı 0,0002 qram dəqiqliklə çəkib, tərkibində 300sm<sup>3</sup> sulu ammonyak olan distillə suyunda 1dm<sup>3</sup> ölçü kolbasında həll edirlər və distillə suyu ilə həcmi 1 dm<sup>3</sup> çatdırırlar. Bu məhlulun 1sm<sup>3</sup> 0,28sm<sup>3</sup> oksigenə ekvivalentdir. 0,05n mis sulfatın ammonyak məhlulunu 10 dəfə durulaşdıraraq, dərəcəli qrafiki qurmaq üçün məhlul hazırlayırlar. Bu durulmuş məhlulun 1sm<sup>3</sup> 0,028sm<sup>3</sup> oksigenə ekvivalentdir.

#### **44.5. Ammonium xlorid məhlulu**

36 qram ammonium xloridi 100sm<sup>3</sup> distillə suyunda həll edirlər.

#### **44.6. Piroüzitin aktivləşdirilməsi və regenerasiyası**

Kvars şüşəsindən hazırlanmış diametri 28±5mm və uzunluğu 400±5mm elektrik sarğılı silindrik qabda 250-300°C temperaturda 5saat təzə pirolüzitin aktivləşdirilməsini və işlənmiş pirolüzitin regenerasiyasını aparırlar. Aktivləşməni 90-95% (həcmə görə) azotdan və ya başqa bir inert qazdan və 5-10% hidrogəndən ibarət olan qaz qarışığı ilə aparırlar, regenerasiyanı isə 60-150 dm<sup>3</sup>/saat sürətlə verilən hidrogenlə aparırlar. Sonra 450-500°C temperaturda 1-3 saat reaktordan 20 dm<sup>3</sup>/saat sürətlə yalnız hidrogen keçirirlər. Qazla emalı pirolüzit açıq-boz rəng alanda saxlayırlar.

#### **44.7. Dərəcəli qrafikin qurulması**

Mis sulfatın ammonyak məhlullarının şkalasını aşağıdakı üsulla hazırlayırlar: 100sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbalarına pipet vasitəsi ilə 1;2;3;4;...15sm<sup>3</sup> durulmuş məhlul daxil edib həcmi distillə suyu ilə 100sm<sup>3</sup> çatdırırlar. Hər alınan məhlulların 1sm<sup>3</sup> oksigenin 0,00028; 0,00056; 0,00084; 0,00112;...; 0,0042 sm<sup>3</sup>-nə ekvivalentinə uyğundur. Alınan məhlulların optiki sıxlığını fotokalorimetrdə işıqdan qatın qalınlığı 50mm olan küvetlərdə 315±5nm dalğa uzunluğunda ölçürlər. Alınan nəticələrə görə oksigenin ekvivalent qatılığından məhlulların optiki sıxlıqlarının asılılığının dərəcəli qrafiki qururlar.

#### **44.8. Analizin aparılması**

0,3-0,5dm<sup>3</sup>/dəqiqə sürətlə 10-15 dəqiqə hidrogen və ya azotla üfürərək küvetdən havanı kənarlaşdırırlar. Sonra küvetə bir xlorlu misin ammonyaklı uducu məhlulu ilə doldururlar. Bunun üçün



məhlul saxlanılan qabın sifonunu 1-ci üç yollu kranın şaquli ötürücüsünə birləşdirirlər, birləşdirici rezini və kranı məhlulla yuyurlar, sonra ötürücü borudan məhlulu küvetə yönəldirlər və onun optiki hissəsini (cizgiyə qədər) doldururlar. Küvetdəki məhlulun rəngi açıq-mavi olmalıdır. Birləşdirici mis məhlulunun optiki sıxlığını kalorimetrdə ölçürlər. Sonra bu məhluldan analiz olan qazı keçirirlər. Bunun üçün küveti kranları aşağı vəziyyətdə olmaqla çevirirlər və ehtiyatla bütün məhlulu borbotaj borusuna keçirirlər (bu zaman üç yollu kranlar elə bağlanmalıdır ki, küvet havadan ayrılmalıdır). 2-ci kranı analiz olunan qazın xətti ilə birləşdirirlər və 1-ci kranı isə qazometrlə və ya qazdaşıyıcı ilə birləşdirirlər. Küvetə verməzdən əvvəl havanı kənarlaşdırmaq üçün birləşdirici kauçuku və 2-ci kranın ötürücüsünü yaxşı-yaxşı üfürürlər. Analiz olunan qazı 130-150 sm<sup>3</sup>/dəqiqə sürətlə 15-20 dəqiqə ərzində məhluldan keçirirlər, bu vaxtda mayenin səviyyəsi barbotaj borunun hündürlüyünün yarısından çox olmamalıdır. Keçirilən qazın həcmi ölçürlər. Sonra kranları çevirərək küveyti atmosferdən ayırırlar və yuxarıda göstərilən kimi küveytdəki uducu məhlulun optiki sıxlığını ölçürlər. Tapılmış optiki sıxlığa görə udulmuş oksigenin ekvivalent qatılığını təyin edirlər.

#### 44.9. Nəticələrin hesablanması

Oksigenin həcmi payını %-lə (X) aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \cdot V_p \cdot 100}{V_p}$$

Burada:

- $V_1$  - analiz verilməmişdən əvvəl uducu məhlulun 1 sm<sup>3</sup>-də dərəcəli qrafikə görə təyin olunmuş oksigenin həcmi, sm<sup>3</sup>;
- $V_2$  - analiz olunan qaz keçirdikdən sonra uducu məhlulun 1 sm<sup>3</sup>-də dərəcəli qrafikə görə təyin olunmuş oksigenin həcmi, sm<sup>3</sup>;
- $V_p$  - normal şəraitə gətirilmiş, keçirilmiş qazın həcmi, sm<sup>3</sup>;
- $V_p$  - uducu məhlulun həcmi, sm<sup>3</sup>

## 45. Xlorun maye piroлиз qətranında təyini metodikası

### 45.1. Məqsəd və mahiyyət

Üsul- maye piroлиз qətranında xlorun təyində istifadə olunur. Üsul analiz olunan nümunənin yandırılmasına, yanmadan alınan məhsulların uducu məhlullarla tutulmasına və onlarda xlorid-ionlarının nefelometrik üsulu ilə təyin olunmasına əsaslanır.

### 45.2. Lazım olan kimyəvi reaktivlər və avadanlıqlar

- 480-490nm dalğa uzunluğunda optiki sıxlıqların ölçülməsinə imkan verən KFK, KFO və başqa tipli kalorimetr-pefelometr;
- yanma üçün cihaz;
- odadavamlı və ya kvars şüşəsindən hazırlanmış iki şlifli qa-paqlı rezervuar-odluq(a);
- kvarsdan və ya odadavamlı şüşədən hazırlanmış odluq (lampa) şüşəsi(b);
- absorberinə FKP-40-POR100 şüşə filtri qaynaqlanmış uducu qab (v);
- sıçrantıtutan (q), onun kimi şüşəməsəməli FKP-40-POR-100 süzmə qından istifadə etmək olar;
- hava vakuum-nasos;
- rezervuar- olduqda armudcuqla təzyiqi tənzimləmək üçün yivli sıxac;
- 2-50-2; 2-1000-2 kolbalar;
- 4-1-1; 2-1-20 pipetlər;
- konusvari kolbalar;
- aktivləşmiş kömürlə doldurulmuş hava təmizləyən filtrlər;
- lavuşka (d);
- distillə suyu;
- 1,4-dioksan;
- susuz natrium karbonatın 0,05N məhlulu;
- 25%-li nitrat turşusu;
- 0,1n gümüş nitrat məhlulu;
- 3-5% hidrogen-piroksid məhlulu;
- natrium xlorid.

### **45.3. Məhlulların hazırlanması:**

#### **45.4. Xlorun kütlə qatılığı 0,01mq/sm<sup>3</sup> olan etalon məhlulu**

Əvvəlcədən 500°C temperaturda sabit çəkiyə gətirilmiş 0,0165 qram natrium xloridi 1000sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbasında həll edib distillə suyu ilə həcmi 1000sm<sup>2</sup> çatdırırlar.

#### **45.5. Dərəcəli qrafikin qurulması**

Dərəcəli qrafikini qurmaq üçün 50sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbasına 0,5; 1,0; 2; 2,5; 3,0; 4,0sm<sup>3</sup> natrium xlorid etalon məhlulu töküb 25 ml distillə suyu, 5sm<sup>3</sup> nitrat turşusu və 1sm<sup>3</sup> gümüş nitrat əlavə edib qarışdırırlar, həcmli distillə suyu ilə 50sm<sup>3</sup> çatdırırlar və 20 dəqiqə qaranlıq yerdə saxlayırlar. Eyni zamanda tərkibində natrium xlorid olmayan məhlul hazırlayırlar. 20 dəqiqədən sonra kontrol məhlula görə hazırlanmış məhlulların işıqudma qatın qalınlığı 50mm olan küvetlərdə 480-490nm dalğa uzunluğunda optiki sıxlığını ölçürlər. Alınan nəticələrə görə dərəcəli qrafikini qururlar, absis oxunda məhlullarda xlorun kütləsini mq-la qeyd edirlər, ordinat oxunda isə onlara uyğun olan optiki sıxlıqların qiymətlərini yazırlar.

#### **45.6. Analizə hazırlıq**

Bütün qabları 25%-li nitrat turşusu məhlulu ilə yuyub, böyük miqdarda distillə suyu ilə yaxalayırlar. Ştativə rezervuar-odluğu (lampa) bərkidirlər, odluğun yuxarı qapağını şlanq vasitəsi ilə armudcuğa birləşdirirlər. Odluğun kapilyarına verilən məhlul nümunəsinin verilməsini tənzimləmək üçün rezin armudcuqda sıxqacı bərkidirlər. Odluğun kapilyarındakı ötürücünü elə səviyyədə bərkidirlər ki, 50sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbalarına məhlulu rahat boşaltmaq olsun, sıxrantıtutani uducu qabın absorberi ilə rezin tıxacla birləşdirirlər. Uducu qabına lampa şüşəsini şliflə birləşdirirlər. Odluğun kapilyarına tənzifdən və ya beltinqdən uzunluğu 20mm az olmayan fitil taxırlar. Fitili çox sıx düzəltmirlər. Odluğu elə quraşdırırlar ki, alov lampa şüşəsinin ucluğunda və dəqiq onun mərkəzində olmalıdır. Cihazı paylaşma lampasından vakuum nasosa birləşdirirlər. Nasos və hər qurğu arasında dondurucu tutacaqlar quraşdırırlar.

#### **45.7. Analizin aparılması**

Distillə suyu ilə yaxşıca yuyulmuş absorberə 10sm<sup>3</sup> uducu məhlulu tökürlər. Uducu məhlul kimi üzərinə 1sm<sup>3</sup> hidrogen-peroksid

əlavə olunmuş 0,05n natrium karbonat məhlulunu istifadə edirlər. Absorberə sıçrantıtutunu birləşdirirlər. Sıçrantıtutana 3-5sm<sup>3</sup> uducu məhlul və ya distillə suyu töküüb, əyilmiş şüşə borulu tıxacla bağlayırlar, boru dondurucu lavuşka vasitəsi ilə vakuum nasosa birləşir. Odluğun kapilyarına 1-2sm<sup>3</sup> dioksan tökürlər ki, yanmanın əvvəldə hava ilə alovu tənzimləyirlər. Filtirli kapilyarın gözünü şlifli qapaqla sıx bağlayırlar, qıf vasitəsi ilə rezervuar-odluğa 2-5 qram nümunə daxil edirlər. Bunun üçün 2,5-6sm<sup>3</sup> nümunəni konusvari kolbaya yerləşdirib, tıxacla bağlayıb 0,0002 qram dəqiqliyi ilə çəkirlər. Nümunəni rezervuar-odluğa keçirirlər, sonra kolbanı tıxacla bağlayıb yenidən eyni dəqiqliklə çəkirlər. Nəticələrin fərqiinə görə analiz üçün görülən nümunənin kütləsini təyin edirlər. Əgər nümunə özlülü deyilsə onu pipet vasitəsi ilə rezervuar-odluğa daxil edirlər.

Qıfın divarlarını yuyaraq qətranın keyfiyyətindən asılı olaraq, onu həcmindən 1-4 dəfə artıq həcmdə pipet vasitəsi ilə rezervuar-odluğa dioksan daxil edirlər. Sonra odluğun içindəkini dairəvi hərəkətlərlə qarışdırırlar, rezervuar-odluğun yuxarı gözünü şlifli ötürücülük qapaqla bağlayırlar. Ötürücü şlanq vasitəsi ilə təzyiq verən rezin armudcuqda birləşir. Vakuum-nasosu işə salırlar və absorberdən havanı bir qərarda sovururlar. Absorberdə alınan köpük absorberin kürəşəkilli genişlənməsinə qədər qalxmalıdır. Odluğu yandırırırlar. Dioksan alovunu lampa şüşəsinə yaxınlaşdırırlar və onu elə fırladırlar ki, alov dəqiq mərkəzdən keçsin. Havanın köməyi ilə his verməyən, bir qərarda olan alovu əmələ gətirirlər. Məhlulun səviyyəsi kapilyara çatdıqda hər dəfə odluğun divarlarını yuyaraq 2 dəfə 1sm<sup>3</sup> dioksan əlavə edirlər. Yanmanın müddəti 2-3,5 saatdır. Yanma qurtardıqdan 5-6 dəqiqə sonra vakuum-nasosunu saxlayırlar, lampa şüşəsinə və sıçrantıtutunun tıxacını çıxarırlar. Sonra suyun kiçik porsiyaları ilə (2sm<sup>3</sup>) sıçrantıtutunu və tıxacını yuyurlar. İkinci dəfə yuduqdan sonra sıçrantıtutunu absorberdən ayırırlar və absorberi üç dəfə yuyub, mayeni həmin kolbaya boşaldırırlar. Tutucularda olanları da kolbaya keçirirlər. Sonra ölçü kolbasındakı məhlulun həcmi distillə suyu ilə 50 sm<sup>3</sup> çatdırıb, qarışdırırlar. Məhlulun mexaniki qarışıqlarını kənarlaşdırmaq üçün filtr kağızından süzülür, ilkin 3-5sm<sup>3</sup> filtratı kənara tullayırlar. Alınan məhlulun 20sm<sup>3</sup> pipet ilə 50sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbasına yerləşdirirlər, 5sm<sup>3</sup> nitrat turşusu və 1 sm<sup>3</sup> gümüş nitrat məhlulu əlavə edirlər. Hər reaktivi əlavə etdikdə məhlulu qarışdırırlar. Məhlulun həcmi distillə suyu ilə 50 sm<sup>3</sup> çatdırıb gümüş xloridin çökməsi üçün 20 dəqiqə

qaranlıq yerdə saxlayırlar. Eyni zamanda kontrol məhlulunu hazırlayırlar. 20 dəqiqədən sonra kontrol məhlula görə işıqudma qatın qalınlığı 50mm olan küvetlərdə 480-490 nm dalğa uzunluğunda məhlulun optiki sıxlığını ( $D_1$ ) təyin edirlər. Uducu məhlulun rəngi sarı olduqda, düzəliş əmsalı daxil edirlər. Bunun üçün  $50\text{sm}^3$  həcmli ölçü kolbasına  $20\text{sm}^3$  uducu məhluldan yerləşdirib,  $5\text{sm}^3$  nitrat turşusu əlavə edirlər. Məhlulun həcmi distillə suyu ilə  $50\text{sm}^3$  çatdırırlar, qarışdırırlar və analoji hazırlanmış məhlula görə ( $5\text{sm}^3$  nitrat turşusu və  $45\text{sm}^3$  distillə suyu) onun optiki sıxlığını ( $D_2$ ) ölçürlər. Analizə sərf olunan miqdara qədər dioksanın həcmi götürüb yandırılırlar və analoji kontrol təcrübə aparırlar. Burada da uyğun olan  $D_3$  və  $D_4$  optiki sıxlıqları ölçürlər. İşçi və kontrol təcrübələrin alınan optiki sıxlıqlarının nəticələrinin fərqi görə qurulmuş qrafikdən analiz olunan nümunədə xlorun miqdarını ( $m_q$ ) tapırlar.

#### 45.8. Nəticələrin hesablanması:

$$X = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{m_1 \cdot 20 \cdot 1000}$$

Burada:

$m$  - dərəcəli qrafikinə görə tapılmış xlorun kütləsi,  $m_q$ ;

$m_1$  - analiz üçün götürülmüş nümunənin kütləsi,  $gram$ .

#### 46. Aromatik fraksiyada və pirokondensatda natrium hidroksidin təyininin metodikası

##### 46.1. Məqsədi və mahiyyəti:

Metodika aromatik fraksiyada natrium hidroksidin təyində istifadə olunur. İki təyin üsulu göstərilib:

1. Üsul aromatika fraksiyasından natrium hidroksidin su ilə ekstraksiyasına və sonra ekstraktı fenoltaleinin iştirakı ilə xlorid turşusu ilə titirlənməsinə əsaslanır. Həssaslıq - 0,005% təşkil edir.

2. Üsul izopropil spirti mühitində xlorid turşusunun izopropanol məhlulu ilə potensiometrlik titirlənməsinə əsaslanır. Həssaslıq - 0,0005% çəki təşkil edir.

#### 46.2. *Lazım olan kimyəvi reaktivlər və qablar:*

- pH-340 tipli şüşə və gümüşxloridli elektrodu olan pH-metr;
- maqnit qarışdırıcı;
- 7-2-7 büret;
- BDI -250 və ya BD3-250 tipli ayırıcı qıf;
- B1-100 stəkanları;
- 3-1-25 və 3-1-50 pipetləri;
- 2-50 silindri;
- xlorid turşusu 0,1n qatılıqlı sulu əə izopropanollu məhlul;
- izopropil spirti.

#### 46.3. *Analizin aparılması*

Natrium hidroksidin ekstraksiyası ilə aparılan analiz. Ayırıcı qıfa silindirlə 50sm<sup>3</sup> analiz olunan məhlulu daxil edirlər. Qıfı tıxacla bağlayıb yaxşıca qarışdırırlar. Təbəqələşdikdən sonra suyu 250sm<sup>2</sup> həcmli konusvari kolbaya boşaldırlar, 2 damcı fenolftalein əlavə edib rəng itənə kimi 0,1n xlorid turşusu məhlulu ilə titirləyirlər.

#### 46.4. *Potensiometrik üsulla analizin aparılması*

Titirləmə stəkanına pipet ilə 25 və ya 50sm<sup>3</sup> analiz olunan məhlulu daxil edirlər, silindirə uyğun olaraq 25 və ya 50sm<sup>3</sup> izopropil spirti əlavə edirlər və pH- metrə titirləyirlər. Titirləməni izopropil spirtində 0,1n xlorid turşusu məhlulu ilə aparırlar. Titirləmə əyri-lərini çəkib, onlara görə ekvivalent nöqtəsini tapırlar.

#### 46.5. *Nəticələrin hesablanması*

Natrium hidroksidin kütlə payını (X) %-lə və ya həcmi payını (X<sub>1</sub>) %-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = \frac{V_1 \cdot 0.004 \cdot 100}{V \cdot d} = \frac{V_1 \cdot 0.4}{V \cdot d}$$

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0.004 \cdot 100}{V} = \frac{V_1 \cdot 0.4}{V}$$

Burada:

- $V_1$  - titirləməyə sərf olunmuş 0,1n xlorid turşusunun həcmi, sm<sup>3</sup>;
- $V$  - ekstraksiyaya potensiometrik titirləmə üçün götürülmüş nümunənin həcmi, sm<sup>3</sup>;
- dəqiq 0,1n qatılıqlı xlorid turşusunun 1sm<sup>3</sup>-nə uyğun natrium hidroksidin kütləsi;
- $0,004$  - hidrogen klorid turşusunun kütləsi;
- $d$  - aromatik fraksiyanın sıxlığı, q/sm<sup>3</sup>.

## 47. Piroqazın sıxlığının təyini

### 47.1 Təyini və tətbiq sahəsi

Bu metodika ilə 0,9-1,1q/dm<sup>3</sup> həddində olan piroqazın sıxlığını təyin edirlər.

### 47.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Qazın sıxlığını təyin etmək üçün piknometr DÜİST 17310-81;
- Civəli barometr DÜİST 48-63-55 və ya barometr aneroid TŞ25-04-1838-73;
- Termometr TL 0-55<sup>0</sup> dərəcələnmə 0,1<sup>0</sup>C, DÜİST 215-73;
- U - şəkilli borular DÜİST 25336-82;
- Kalsium xlorid DÜİST 4460-74 təzə közərdilmiş;
- Etil spirti DÜİST 18300-77.

### 47.3. Ölçmə üsulu

Üsul məlum temperaturda və təzyiqdə ardıcıl quru havanı və quru qazı müəyyən həcmli nazik divarlı şüşə piknometrində çəkilməsinə əsaslanır.

### 47.4. Analizə hazırlıq.

#### Piknometrin həcmnin təyini.

Təyindən əvvəl piknometrləri xrom qarışığı, su və distillə suyu ilə yuyurlar. Piknometrin muftalarını və kranlarını silib qurudurlar və nazik təbəqə sürtkü yağı çəkirlər və diqqət edirlər ki, kranların kanallarında və şliflərin xaricində sürtkü yağı olmasın. Hermetikliyi yoxlanılmış piknometrə uzun çıxıntısının vasitəsi ilə təzə qaynadılmış, otaq temperaturuna qədər soyumuş distillə suyu doldururlar, piknometrin daxilində və boruların kanallarında havanın qalmamasına diqqət yetirirlər. Doldurulmuş piknometri açıq kranlarla 20-30 dəqiqə tərəzinin yanında saxlayıb, kranları bağlayırlar, kranların çıxıntılarında qalan suyu filtir kağızı ilə təmizləyirlər və su ilə doldurulmuş piknometri 0,01 qram dəqiqliyi ilə texniki tərəzidə çəkirlər. Tərəzinin ətrafındakı temperaturu ölçüb, qeyd edirlər.

Suyu boşaltdıqdan sonra, piknometri 2 dəfə 10sm<sup>3</sup> etil spirti ilə yuyurlar və yağdan, tozdan (pambıq filtr) və sudan (kalium xloridlə doldurulmuş U şəkilli borular) təmizlənmiş hava ilə üfürürlər.

12 həcmdən az olmayan quru hava ilə üfürüb, əvvəlcə çıxış sonra isə giriş kranlarını bağlayaraq havanın verilməsini saxlayırlar. Piknometri 20-30 dəqiqə tərzinin yanında saxlayırlar sonra kranı 180°-ə çevirərək piknometrin daxilindəki təzyiqli atmosfer təzyiqli ilə bərabərləşdirirlər və 0,0002 qram dəqiqliyi ilə çəkirlər. Ölçmə vaxtı temperaturu və barometrik təzyiqli qeyd edirlər. Piknometrin həcmi  $dm^3$  aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$V = \frac{G_1 - G_2}{\rho}$$

Burada:

- $G_1$  - su ilə doldurulmuş piknometrin kütləsi, qram;
- $G_2$  - hava ilə doldurulmuş piknometrin kütləsi, qram;
- $\rho$  - ölçü aparılan temperaturda suyun sıxlığı,  $q/dm^3$ .

#### 47.5. Ölçmənin aparılmasının ardıcılığı

Piknometri 15-20 dəqiqə təmizlənmiş və qurudulmuş qazla üfürürlər. Piknometri qaz mənbəsindən ayıraraq, hava ilə doldurulmuş piknometrin kütləsinin təyinindəki kimi eyni əməliyyatları təkrar edirlər.

Normal şəraitdə qazın sıxlığını  $\rho$   $q/dm^3$  ( $q/l$ ) aşağıdakı düsturla təyin edirlər.

$$\rho = \frac{G_3 - G}{K \cdot V} = \frac{G_3 - (G_2 - V\rho_2)}{K \cdot V} = \frac{G_3 - G_2}{K \cdot V} + \rho_2$$

burada:

- $G_3$  - piknometrin qazla birlikdə kütləsi, qram;
- $G$  - boş piknometrin kütləsi, qram;
- $\rho_2$  - analiz temperaturunda və təzyiqdə havanın sıxlığı,  $q/dm^3$  ( $q/l$ );
- $K$  - qazın həcmi normal şəraitə gətirən əmsal;
- $V$  - piknometrin həcmi,  $dm^3$ .

Analizin nəticəsi kimi iki paralel təyinin orta qiyməti götürülür, onların arasındakı xəta 0,005  $q/dm^3$  ( $q/l$ ) artıq olmamalıdır.



## 48. Qazlarda CO<sub>2</sub>, CO və O<sub>2</sub> həcm payının təyini

### 48.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodika qaz qarışığında aşağıda göstərilən hədlər üçün istifadə olunur:

CO	– 1	– 5%
CO <sub>2</sub>	– 1	– 10%
O <sub>2</sub>	– 1	– 20%

### 48.2. Ölçü vasitələrinin tipləri və standart nümunələr

- Ors tipli qazoanalizator DÜİST 6329-74;
- Kalium hidroksid DÜİST 24363-80 və ya natrium hidroksid;
- Ammonium xlorid DÜİST 4164-79
- mis yonqarı
- piroqallol A, DÜİST 6408-75
- sulfat turşusu 10%-li məhlulu DÜİST 4204-74
- sulu ammonyak DÜİST 3760-79

### 48.3. Ölçmə üsulu

Üsul qazın tərkib hissələrinin ardıcıl udulmasına əsaslanır.

Karbon 4-oksidi – natrium və ya kaliumhidroksid məhlulu ilə; karbon oksidi – birlorlu misin ammonyaklı məhlulu ilə; oksigen – piroqallol A məhlulu ilə ardıcıl aparılan udulma əməliyyatlarından sonra analiz olunan qaz nümunəsinin həcmnin azalmasının ölçülməsi yolu ilə komponentlərin faizlə miqdarını təyin edirlər.

### 48.4 Analizə hazırlıq

Natrium və ya kalium hidroksid məhlulunu 1dm<sup>3</sup> distillə suda 300 qram NaOH və ya KOH həll edərək hazırlayırlar.

Bir xlorlu mis məhlulunu 250 qram ammonium xloridi 750 sm<sup>3</sup> suda həll edib, üzərinə 250 qram bir xlorlu mis əlavə edirlər, məhlullu qaba bir neçə mis spiral salırlar və tıxacla kip bağlayırlar. Məhlul şəffəfləndikdən sonra istifadəyə yararlıdır. Doldurmazdan əvvəl hazırlanmış məhlulu 0,91 q/sm<sup>3</sup> xüsusi çəkisi olan ammonyak məhlulu ilə 2:1 nisbətində qarışdırırlar.

Piroqallol A məhlulunu 160sm<sup>3</sup> 21%-li KOH məhlulunda həll etməklə hazırlayırlar. Məhlulu kip bağlanan qabda saxlayırlar.

#### **48.5. Qazoanalizatorun təsviri və analizə hazırlıq**

Yuxarısında ucdan başlayaraq silindrik genişlənməsi ( $40 \text{ sm}^3$ ) olan  $100 \text{ sm}^3$  həcmli büret, bu genişlənməyə  $0,2 \text{ sm}^3$  dərəcələnməmiş  $60 \text{ sm}^3$  həcmli boru qaynaq olunub. Büret termostat köynəyinə yerləşdirilib və aşağıdan bağlayıcı məhlulla (duzlu su ilə) doldurulmuş  $300 \text{ sm}^3$  həcmli bərabərləşdirici şüşə qabla birləşir.

**48.6.** Dolduruculu (nasadka) uducu pipetlər - bir-biri ilə əyilmiş boru vasitəsi ilə birləşən  $250-300 \text{ sm}^3$  eyni həcmli silindirlər. Qaz udulması üçün istifadə olunan pipetlərin yuxarı nişanı və kranı olan kapilyar borusu ilə qurtarır. Udma sahəsini artırmaq üçün silindirlərə doldurucular- şüşə borular yerləşdirirlər.

**48.7.** Pipetkaları bir-biri ilə ölçü büreti ilə birləşdirən daraq -  $\varnothing 2 \text{ mm}$  olan şüşə borudur.

**48.8.** Yaxşı yığılmış hissələri aşağıdakı ardıcılıqla yığırlar: a) KOH və ya NaOH məhlulu ilə pipet; b) Piroqallol A məhlulu ilə pipet; c) birxlorlu misin ammoniyak məhlullu pipetka; d) 10%-li  $\text{H}_2\text{SO}_4$  məhlullu pipet.

Cihazın kipliyini aşağıda göstərilən kimi aparırlar:

Butulkaların üçündə də məhlullar yuxarı kapilyarın nişanlarına qədər qaldırdıqdan sonra, qaz büreti bağlayıcı məhlulla (duzlu su ilə) doldururlar və bərabərləşdirici şüşə qabını aşağı salırlar və 5-10 dəqiqə cihazı bu vəziyyətdə saxlayırlar. Cihaz kip olduqda mayenin səviyyəsi büretədə və uducu pipetlərdə dəyişməməlidir. Əks halda kranları yenidən yuyub, qurudurlar və vazelinlə və ya xüsusi sürtkü yağları ilə yağlayırlar.

**48.9.** Tədqiq olunan qazın nümunəsini götürmək üçün darağın çıxışında yerləşən üç yollu kran vasitəsi ilə qaz analizatoru nümunə götürəlmə yerə birləşdirirlər. Bərabərləşdirici şüşə qabı aşağı salıb, büret ilə birləşdirən üç yollu kranı ehtiyatla açırlar və büreti qazla doldururlar. Bu və sonrakı 4-5 qaz porsiyaları binadan kənara sorucu şkafa buraxılır. Sistemi tədqiq olunan qazla diqqətlə yuduqdan sonra, qaz nümunəsini götürürlər. Qaz nümunəsini götürdükdə bərabərləşdirici şüşə qabı qaz büretin yanında saxlayırlar və diqqət yetirirlər ki, büretədə və bərabərləşdirici şüşə qabında bağlayıcı məhlulun (duzlu suyun) hündürlüyü eyni səviyyədə olsun. Dəqiq  $100 \text{ sm}^3$  qaz götürüb, üç yollu kranı bağlayırlar və qaz mənbəyindən ayırırlar.

Ölçülərin aparılmasının ardıcılığı: Götürülən qaz qarışığını uducu pipetlərdən ardıcıl keçirərək və büretədə qazın həcmnin dəyişməsinə qeyd edərək analiz edirlər.

#### 48.10. CO<sub>2</sub>-nin təyini

Qaz qarışığından CO<sub>2</sub>-nin udulması qələvi məhlullu uducu pipetkədə baş verir. Pipetin kranını açıb və bərabərləşdirici şüşə qabını qaldıraraq, duzlu suyu büretin kranına çatdıraraq, qazı büretkədən pipetə keçirirlər. Sonra şüşə qabı aşağı salaraq qazı yenidən büretə qaytarırlar, bununla bərabər pipetdəki qələvinin səviyyəsi cizgidən yuxarı olmamalıdır. Bu əməliyyatı 4-5 dəfə təkrar edirlər. Axırncı dəfə qələvi məhlulunu kapilyardakı cizgiyə dəqiq çatdırırlar, pipetin kranını bağlayırlar, 1 dəqiqə ərzində məhlulun axmasına imkan verirlər və udulmuş qazın həcmi (y<sub>1</sub>) ölçürlər. Büretədən pipetə qazın keçirməsini o vaxta kimi davam etdirirlər ki axırncı və ondan əvvəlki ölçülərin fərqi 0,2sm<sup>3</sup>-dan çox olmasın. Udulmuş qazın həcmi CO<sub>2</sub>-nin həcm %-i miqdarına uyğundur.

#### 48.11. O<sub>2</sub> təyini.

Piroqalolun qələvi məhlulu ilə doldurulmuş uducu pipetdə O<sub>2</sub>-nin udulmasını CO<sub>2</sub> -nin udulması kimi aparırlar. Udulan qazın həcmi O<sub>2</sub>-nin həcm %-i miqdarına uyğundur. Birləşli misin ammonyaklı məhlulu ilə doldurulmuş uducu pipetkədə CO<sub>2</sub>-nin udulması kimi aparırlar, lakin udulmuş qazın həcmi ölçməmişdən əvvəl ammonyak buxarlarından azad olunmaq üçün, qazı 10%-li H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> doldurulmuş pipetə keçirirlər

Ölçü göstəricilərinin dəqiqliyi:

$$A_{CO_2}; E_k = \pm 0,2$$

$$A_{CO_2}; E_\alpha = \pm 0,2 \quad p = 0,95$$

$$A_{O_2}; \alpha = 0,35$$

## 49. Qələvinin kütlə qatılığının təyini

### 49.1. Təyin və tətbiq sahəsi:

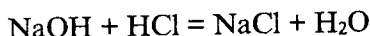
Metodikadan qələvinin kütlə qatılığını təyin etmək üçün istifadə edirlər.

### 49.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Xlorid turşusu DÜİST 3118-77 0,5n məhlul
- Fenolftalein DÜİST 5850-72 1%-li spirtli məhlul
- Büret 1-2-50-0,1 ölçülü, DÜİST 20292-74
- Pipet 2-1-5 ölçülü, DÜİST 20292-74
- Büks DÜİST 25336-82

### 49.3. Ölçmə üsulu

Qələvinin qatılığını təyin etmək üçün miqdarı analizin həcmi üsulundan istifadə olunur, bu da qələvinin xlorid turşusu ilə neytrallaşma reaksiyasına əsaslanır (neytrallaşma üsulu).



### 49.4. Ölçmələrin aparılmasının ardıcılığı

Analiz olunan qələvinin 2 qramını 0,0002 qram dəqiqliyə ilə büksdə çəkib 250 sm<sup>3</sup> həcmli konusvari kolbaya keçirirlər, büksün divarlarını 50 sm<sup>3</sup> distillə suyu ilə yuyub həmin kolbaya boşaldırlar. Alınan məhlula 3-4 damcı fenolftalein əlavə edib çəhrayı rəng itənə qədər 0,5n xlorid turşusu ilə titirləyirlər.

Qələvinin kütlə qatılığını A %, aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$A = \frac{a \cdot K \cdot 0,02 \cdot 100}{g} = \frac{a \cdot K \cdot 2}{g}$$

Burada:

- a* - titirlənməyə sərf olunmuş 0,5n HCl məhlulunun miqdarı, sm<sup>3</sup>;
- g* - analiz üçün götürülmüş qələvi nümunəsinin çəkisi, qram;
- K* - 0,5n HCl məhlulunun düzəliş əmsali;
- 0,02 - 0,5n HCl məhlulunun 1sm<sup>3</sup>-na uyğun olan qələvinin miqdarı, qram.

## 50. Qazlarda karbon iki oksidin təyini

### 50.1. Təyini və tətbiq sahəsi

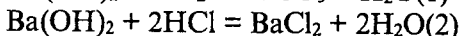
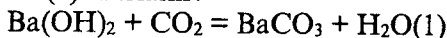
Metodikadan karbon iki oksidin miqdarı 2-500 ppm həddində olduqda istifadə olunur.

### 50.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Barium hidroksid, DÜİST 4107-78 0,1n məhlul
- Xlorid turşusu DÜİST 3118-74, 0,01n məhlul
- Kadmium asetat DÜİST 5824-79 5%-li məhlul
- Susuz asetat turşusu DÜİST 61-75
- Fenolfalein DÜİST 1%-li spirt məhlulu
- Büret 1,2-2-25-0,1 ölçülü, DÜİST 20292-74
- Konusvari kolbalar KH-1-250-29/32 DÜİST 25336-82
- Qazları yumaq üçün və təmizləmək üçün  $V=200\text{sm}^3$  şüşə qablar CH-1 TŞ25-11-1062-75
- Pipetlər 2-2-50 DÜİST 20292-74; 2-2-25 DÜİST 20292-74
- Ölçü silindirləri 1,3-100 DÜİST 1770-74
- Qaz saygacı QSB-400 DÜİST 6463-53

### 50.3. Ölçmə üsulu

Üsul  $\text{CO}_2$ -nin barium suyu ilə qarşılıqlı təsirinə (1) və  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  artığının indikator fenolfaleinin iştirakı ilə xlorid turşusunun məhlulu ilə titirlənməsinə (2) əsaslanır:



$\text{CO}_2$ -nin təyininəndən əvvəl hidrogen sulfiddən azad olmaq üçün qaz kadmium asetatla doldurulmuş uducudan keçirilməlidir.

### 50.4. Analizə hazırlıq

#### 4.1. $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ məhlulunun hazırlanması:

5%-li  $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  məhlulunu hazırlayırlar və məhlulun hər  $100\text{sm}^3$ -na 1-2  $\text{sm}^3$  asetat turşusu əlavə edirlər.

4.2. Məhlullarla doldurmazdan əvvəl uducu qabları  $\text{CO}_2$ -dən təmizlənmiş hava və ya azotla üfürürlər. Bunun üçün qazı 10% KOH məhlulu ilə doldurulmuş yuyucu şüşə qabdan keçirirlər. Sonra dreksel şüşə qabların birinə pipet ilə 50  $\text{sm}^3$   $\text{Ba}(\text{OH})_2$  məhlulu daxil edirlər o birinə isə silindr vasitəsi ilə 100 $\text{sm}^3$   $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  məhlulu tökürlər. Qabları birləşdirirlər, sonra  $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  məh-

lulu olan qabı nümunə götürülən yerə qoşurlar. Keçirilmiş qazın miqdarını qaz sayğacı ilə ölçürlər. Sistemin hermetikliyini yoxlayırlar, bunun üçün sayğacdən əvvəl rezin borunu sıxırlar və nümunə götürən ventili açırlar. Əgər qablardan qaz qabarcıqları çıxarsa, onda sistem hermetik deyil.

### 50.5. Ölçmənin aparılmasının ardıcılığı

Qaz ventilini elə açırlar ki, birinci və sonrakı şüşə qablarında qazın keçmə sürətinə qabarcıqların hesabı ilə nəzarət etmək olsun. Əgər CO<sub>2</sub>-nin miqdarı 50-80 ppm həddindədirsə 80-90dm<sup>3</sup> qaz kecirirlər, əgər 2-5ppm-dirsə 150-170dm<sup>3</sup> qaz kecirirlər. Qaz nümunəsini götürdükdən sonra 25sm<sup>3</sup> uducu məhlulu 250sm<sup>3</sup> həcmli konusvari kolbaya keçirib, fenoltaleinin iştirakı ilə məhlul rəngsizləşənə qədər 0,01n HCl məhlulu ilə titirləyirlər. Paralel olaraq yoxlayıcı təcrübə aparırlar: konusvari kolbaya 25sm<sup>3</sup> 0,01n Ba(OH)<sub>2</sub> məhlulu daxil edirlər və fenoltaleinin iştirakı ilə 0,01n HCl məhlulu ilə titirləyirlər.

CO<sub>2</sub>-nin miqdarını A ppm (mq/m<sup>3</sup>) aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$A = \frac{2(a - b) \cdot K \cdot 0,1113 \cdot 1000}{V \cdot K_1}$$

- Burada: *a* - yoxlayıcı təcrübədə titirlənməyə sərf olunan 0,01N HCl məhlulun miqdarı, sm<sup>3</sup>;  
*b* - işçi nümunəsinin titirlənməsinə sərf olunan 0,01N HCl məhlulun miqdarı, sm<sup>3</sup>;  
*K* - 0,01N HCl məhlulunun düzəliş əmsalı;  
0,1113 - 0,01N HCl məhlulunun 1sm<sup>3</sup>-nə uyğun olan CO<sub>2</sub>-nin miqdarı;  
*K*<sub>1</sub> - qazın həcmi normal şəraitə gətirən əmsal.

## 51. Qazda asetilenin həcm payının təyini

### 51.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodikadan qazda asetilen həcm payı 20-350ppm həddində olduqda istifadə olunur.

### 51.2. Ölçü vasitələrin tipləri; reaktivlər və standart nümunələr

- Mis sulfat DÜİST 4165-78
- Sulu ammonyak DÜİST 3760-79

- Qida jelatini DÜİST 11293-78 2%-li məhlul
- Xlorid turşulu hidrosilamin DÜİST 5466-79
- Əla təmizlənmiş hidrolizli etil spirti DÜİST18300-72
- Kobalt nitrat DÜİST 4528-78
- Natrium karbonat DÜİST 84-76
- Kalium permaqanat DÜİST 20490-75 2%-li məhlul
- Kristallik kalium yod DÜİST 4232-74
- Sulfat turşusu DÜİST 4204-77 1:5 qatılıqlı məhlul
- Həll olunan nişasta DÜİST 10163-76 1%-li məhlul
- Natrium tiosulfat
- 200sm<sup>3</sup> həcmli qaz nümunəsi götürmək üçün pipetka DÜİST 1770-74
- ölçü kolbaları KH-1-250=29/32 DÜİST 25336-82
- stəkan B-1-100TC DÜİST 25336-82
- büretka 3-1-25-0,1 JÜİST 20292-74
- 9 sınaq şüşəsindən DÜİST 22336-82 ibarət olan standart məhlullar şkalası
- şəffaf sınaq şüşəsi DÜİST 25336-82

### **51.3. Ölçü üsulu**

Qazda asetilenin həcm payının təyininə kalorimetrik üsuldan istifadə olunur. Bu üsul ammoniyak mühitində asetilenin birvalentli mis duzları ilə qırmızı-bənövşəyi rəngdə misasetilenid məhlulunun alınmasına əsaslanır.

Alınan rəngi asetilenin miqdarı məlum olan standart məhlulların rəngi ilə müqaisə edirlər

### **51.4. Analizə hazırlıq**

**İlosvay reaktivinin hazırlanması.** 100sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbaya 0,5 qram mis sulfat CuSO<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O daxil edirlər və 20sm<sup>3</sup> distillə suyunda həll edirlər, sonra 255-li ammoniyak məhlulunu elə miqdarda əlavə edirlər ki, uducu məhlulun tərkibində dəqiq 0,53 qram NH<sub>3</sub>(2,1sm<sup>3</sup> NH<sub>4</sub>OH) olsun. Məhlula 38sm<sup>3</sup> distillə suyunda həll olunmuş 2,3 qram xlorid turşulu hidrosilamin əlavə edib qarışdırırlar, sonra 4,5sm<sup>3</sup> 2%-li jelatin və 33 sm<sup>3</sup> etil spirti əlavə edib, qarışdırırlar və həcmi cizgiyə qədər distillə suyu ilə çətdirirlər. İlosvay reaktivini bir gündən artıq saxlamaq olmaz. Jelatin məhlulunu soyuqda bir həftə saxlamaq olar.

### **Standart məhlulun hazırlanması**

100sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbasında olan 30sm<sup>3</sup> xrom nişasta 60sm<sup>3</sup> kobalt nitrat məhlulu əlavə edirlər və həcmi cizgiyə qədər distillə suyu ilə çatdırırlar.

Tərkibində 12,78mq/sm<sup>3</sup> Cr olan nitrat məhlulunu 10,2 qram xrom nitratı 100sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlayırlar. Məhlulda Cr-ın miqdarını tapmaq üçün məhlulun 3sm<sup>3</sup> 100sm<sup>3</sup> həcmli stəkana tökürlər, 50sm<sup>3</sup> distillə suyu və 0,2 qram natrium karbonat əlavə edirlər. Sonra stəkana 15sm<sup>3</sup> 2%-li KMnO<sub>4</sub> məhlulu əlavə edib 10 dəqiqə qaynadırlar. Permanınatın artığını parçalamaq üçün 2sm<sup>3</sup> etil spirti əlavə edirlər və aldehidin qoxusu yox olana qədər qaynadırlar. Məhlulu kağız filtirdən süzür-lər, filtri su ilə yuyurlar. Filtirə 2 qram kalium yod və 5sm<sup>3</sup> sulfat turşusu (1:5) əlavə edib ayrılmış yodu 0,1n natrium tiosulfat məh-lulu ilə titirləyirlər. Xromun miqdarını 1sm<sup>3</sup>-da aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$Cr = \frac{a \cdot k \cdot 0,00173 \cdot 1000}{3} \text{mq/sm}^3$$

Burada:

- a* - 0,1n Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> məhlulun titirləməyə sərf olunan miqdarı, sm<sup>3</sup>  
*k* - 0,1n Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> məhlulun düzəliş əmsali;  
0,00173 - 0,1n natrium tiosulfat məhlulunun 1sm<sup>3</sup> uyğun olan xromun miqdarı, qram.

Məhlulun 1sm<sup>3</sup>-da xromun miqdarı 12,8mq olmalıdır.

Hazırlanmış məhlulda xromun həqiqi miqdarını bildikdə, uyğun durulaşdırma ilə 100sm<sup>3</sup>-da 10 qram xrom nitrat olan məhlulu hazırlayırlar.

Məsələn: Tapılıb 14 mq xrom. Dəqiq məhlulun 1sm<sup>3</sup>-də 12,78 qram olmalıdır. Deməli, alınmış məhlul durulaşdırılmalıdır. Durulaşdırdıqdan sonra məhlulun həcmi olmalıdır:

$$\frac{100 \cdot 14}{12,87} = 108,7 \text{sm}^3$$

Beləliklə 100sm<sup>3</sup>-ə 8,7sm<sup>3</sup> su əlavə etmək lazımdır. Amma 100 sm<sup>3</sup> xrom nitrat məhlulundan 3sm<sup>3</sup>-i titirləmək üçün götürülüb. Qalan 97sm<sup>3</sup> məhlula əlavə olunan suyun miqdarı olmalıdır:



$$\frac{8,7 \cdot 97}{100} = 8,4 \text{ sm}^3$$

Tərkibində kobaltın miqdarı  $39,74 \text{ mq/sm}^3 \text{ Co(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  məhlulunu  $20,2$  qram kobalt nitrati  $100\text{sm}^3$  ölçü kolbasında distillə suyunda həll etməklə hazırlayırlar. Məhlulda kobaltın dəqiq miqdarını tapmaq üçün əvvəlcədən közərdilmiş putaya  $4\text{sm}^3$  məhluldan töküb quruyana qədər ehtiyatla qum hamamında buxarlandırırlar. Sonra soyudulmuş putaya  $0,5\text{sm}^3 \text{ H}_2\text{SO}_4$  (xüsusi çəkisi  $1,84$ ) əlavə edirlər və turşunu sulfid anhidridin buxarları yox olana qədər buxarlandırırlar. Sonra putanı  $400\text{-}500^\circ\text{C}$  mufel sobasında közərdirlər, soyudub çəkirlər. Kobaltın miqdarını aşağıdakı düsturla təyin edirlər.

$$C_o = \frac{b \cdot 0,3803 \cdot 100}{4} \text{ mq/sm}^3$$

Burada:

- $b$  - közərdilmiş maddənin miqdarı, qram;  
 $0,3803$  -  $\text{Co(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kobalta hesablanması.

Dəqiq məhlulun  $1\text{sm}^3$ -də kobaltın miqdarı  $39,74\text{mq}$  olmalıdır. Uyğun durulaşdırma ilə  $100\text{sm}^3$ -də dəqiq  $20$  qram kobalt nitrat olan məhlul hazırlayırlar.

### 51.5.Şkalanın düzəldilməsi

Şkalanın sınaq şüşələri eyni tərkibli şüşədən hazırlanmalıdır, diametri və həcmi eyni olmalıdır. Sınaq şüşələrinə  $1,0; 2,0; 3,0; \dots 9,0\text{sm}^3$  standart məhlulu daxil edirlər və uyğun olaraq  $9,0; 8,0; 7,0; \dots 1,0\text{sm}^3$  distillə suyu əlavə edib qarışdırırlar. Qazın tərkibində asetilenin miqdarını uducu qablardakı məhlulların rəngini standart şkalanın rəngləri ilə müqayisədə təyin edirlər.

### Qazda asetileni təyin etmək üçün cədvəli

Sınaq şüşə-ni nömr-əri	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1.Əsas məh-n miqdarı, $\text{sm}^3$	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0

2. Distillə suyun miqdarı, sm <sup>3</sup>	9,0	8,0	7,0	6,0	5,0	4,0	3,0	2,0	1,0
3. Normal şər-ə asetiləni təyin etmək üçün 10sm <sup>3</sup> reak-də C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> miq. uyğun sm <sup>3</sup>	0,09	0,018	0,026	0,034	0,043	0,051	0,061	0,069	0,074
4. Normal şər.ə C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> təyin üçün 10sm <sup>3</sup> reaktivdə C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> miqdarına uyğun rəng, mq	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,086

### 51.6. Ölçmənin aparılma ardıcılığı

Nümunə götürən pipeti 10 dəqiqə analiz olunan qazla üfürürlər. Sulfidli birləşmələrdən təmizləmək üçün, pipetdən əvvəl, 10%-li kadmium və ya sink asetat məhlulu ilə doldurulmuş uducu quraşdırırlar. Nümunəni götürdükdən sonra pipetdəki artıq təzyiği kranlardan birini ani açaraq azaldırlar. Kranın çıxıntısına rezin boru vasitəsi ilə qıfı birləşdirirlər və havanın daxil olmasına yol verməməklə ehtiyatla pipeti 10sm<sup>3</sup> İlosvay reaktivi tökürlər. Sonra kranı bağlayırlar və 10 dəqiqə reaktivlə pipeti çalxalayırırlar, sonra məhlulu sınaq şüşəsinə boşaldıb onun rəngini standart məhlulların rəngi ilə müqayisə edirlər.

Əgər nümunənin rəngi çox intensivdir və şkalanın həddindən çıxır, onda nümunəni 2-3 dəfə İlosvay reaktivi ilə durulaşdırırlar. Əgər nümunənin rəngini bənövşəyi çaları şkaladakından çoxdursa, onda sınaq şüşəsinə 1-4% damcı 10%-li ammonyak məhlulu əlavə edirlər və hər damcıdan sonra məhlulu qarışdırırlar. Şkalanın rəngi ilə müqayisə edirlər.

Asetilenin həcm payını  $A_2$  ppm-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$A_2 = \frac{C \cdot 1000}{K \cdot V} \text{mq} / \text{dm}^3$$
$$A_2 = \frac{B \cdot 0,86 \cdot 100 \cdot 10000}{K \cdot V} = \frac{B \cdot 0,86 \cdot 1000000}{K \cdot V} = \text{ppm}$$

Burada:

- $V$  - keçirilmiş qazın həcmi,  $\text{sm}^3$ ;
- $C$  - standart şkalanın sınaq şüşəsindəki asetilenin miqdarı,  $\text{mq}$ ;
- $K$  - qazın həcmi normal şəraitə gətirən əmsal;
- $B$  - standart şkalanın sınaq şüşəsindəki asetilenin miqdarı,  $\text{sm}^3$ ;
- 0,86 - hesablama əmsalı.

## 52. Qazda az miqdarda olan oksigenin təyini

### 52.1. Təyini və tətbiq sahəsi

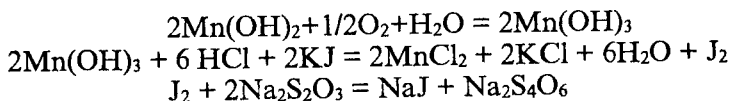
Metodikadan qazda oksigenin miqdarı 1÷100ppm həddində olduqda istifadə olunur.

### 52.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Oksigeni təyin edən qazoanalizator (Muqdan cihazı) CB-76-31M-3 TŞ25-11-1015-75 həcmi 5000-6000ml;
- Dreksel şüşə qabları DÜİST 10378-73 həcmi 500ml-2 ədəd
- Konusvari kolbalar həcmi 500ml-2 ədəd
- Silindirlər DÜİST 1770-74 həcmi 25ml -4ədəd; həcmi 50ml-1 ədəd
- Mikrobüret DÜİST 20292-74 həcmi 5ml, dərəcəsi-0,02ml
- Kimyəvi qıf DÜİST 8613-75 Ø50-60mm
- Manqan xlorid DÜİST 612-75 4%-li məhlul
- Kalium yod DÜİST 4232-74 10%-li məhlul
- Xlorid turşusu DÜİST 3118-67 1:1 məhlul
- Kalium hidroksid DÜİST 9285-69 və ya natrium hidroksid DÜİST 2263-71, 10%-li məhlul
- Natrium tiosulfat CT CEB 223-75, 0,01n məhlul
- Həll olunan nişasta DÜİST 10163-76, 0,5%-li məhlul
- Kadmium asetat DÜİST 5824-71 asetat turşusu ilə turşulaşdırılmış (1-2ml qatı  $\text{CH}_3\text{COOH}$  100ml məhlulə) 10%-li məhlul .

### 52.3. Ölçmə üsulu

Etiləndə az miqdarda olan oksigenin təyində miqdarı analiz üsulundan istifadə olunur. Bu üsul iki valentli manqan hidroksidi oksigenlə üç valentli manqan oksigenə oksidləşməsinə və alınan üç valentli manqan hidroksidin yodometrik təyininə əsaslanır.



### 52.4. Ölçünün aparılmasının ardıcılığı

Muqdan cihazını 15 dəqiqə hidrogen sulfiddən təmizlənmiş qazla üfürürlər. Kadmium asetat məhlulu ilə doldurulmuş Dreksel şüşə qablarından qazı keçirərək təmizlənməni aparırlar. Üfürüldükdən sonra kranları bağlayırlar və kranın çıxıntısına qıfı birləşdirib, cihaza 25sm<sup>3</sup> 4%-li MnCl<sub>2</sub>, 25sm<sup>3</sup> 10%-li KJ və 25sm<sup>3</sup> 10%-li qələvi (ardıcılığa riayət edərək) daxil edirlər, sonra kranı bağlayırlar və 15 dəqiqə cihazı çalxalayırlar. Sonra havanın daxil olmasına yol verməməklə reaktora 25sm<sup>3</sup> xlorid turşusu məhlulunu daxil edirlər və qarışdırırlar. Kranları açıb reaktorun içindəkiləri 250ml həcmli kolbaya boşaldırlar, reaktoru 50sm<sup>3</sup> distillə suyu ilə yaxalayıb kolbaya boşaldırlar. 2-3sm<sup>3</sup> nişasta məhlulu əlavə edib 0,01n Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> məhlulu ilə rəng itənə qədər titirləyirlər. Paralel olaraq eyni miqdarda reaktivlərlə və distillə suyu ilə yoxlayıcı təcrübə aparırlar.

Yoxlayıcı nümunənin analizində reaktivləri göstərilən ardıcılıqla əlavə edirlər: KOH, HCl, MnCl<sub>2</sub>, KJ.

Qazda oksigenin miqdarını A həcm faizi ilə aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$A = \frac{(a - b) \cdot K_1 \cdot 0,056 \cdot 100}{V \cdot K} = \frac{(a - b) \cdot 5,6 \cdot K_1}{V \cdot K} \text{ ppm}$$

Burada:

- a* - nümunənin titirlənməsinə sərf olunan 0,01n Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> məhlulun miqdarı, sm<sup>3</sup>;
- b* - yoxlama təcrübənin titirlənməsinə sərf olunan 0,01n Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> məhlulun miqdarı, sm<sup>3</sup>;
- K*<sub>1</sub> - 0,01n Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> məhlulun düzəliş əmsalı;
- K* - qazın həcmnin normal şəraitə gətirən əmsal;
- 0,056 - 0,01n Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> məhlulun 1sm<sup>3</sup> uyğun olan oksigenin miqdarı, mq.

## 53. Metil spirtinin kütlə qatılığının təyini

### 53.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodikadan metanolun qatılığı 80÷100% həddində olduqda istifadə olunur.

### 53.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- 100sm<sup>3</sup> həcmli silindr DÜİST 1770-74
- Densimetr d= 0,820-0,880 dərəcəsi 0,005 və ya 0,001 DÜİST 1300-74
- Termometr 0÷50°C dərəcələnmə 0,5÷1°C DÜİST 215-73

### 53.3. Ölçmə üsulu

Areometrle sıxlığın ölçməsi Arximed qanuna əsaslanır, mayeyə salınan cismin çəki itkisi, onun sıxışdırıb çıxarılan maye həcmninin çəkisinə bərabərdir.

### 53.4. Ölçünün aparılmasının ardıcılığı

Təmiz quru silindrə və ya bir neçə dəfə metanolla yaxalanmış silindrə ehtiyatla divarlarından axıdaraq və ya şüşə çubuğu ilə tədqiq olunan məhsulu tökürlər. Spirtin temperaturunu 20°C - ə çatdırırlar. Sonra yuxarı ucundan tutaraq, divarlara toxunmamaqla ehtiyatla mayeyə təmiz quru areometr daxil edirlər. Tarazlıq vəziyyətinə çatdıqdan sonra qabdakı mayenin səthinin səviyyəsində qeydiyyatı aparırlar.

Sıxlıqdan asılı olaraq cədvəldən metil spirtinin qatılığını tapırlar.

Cədvəl 1.

20°C-də metil spirtinin sıxlığı

$d_4^{20}$	A%	$d_4^{20}$	A%
0,8469	80	0,8202	90
0,8486	81	0,8174	91
0,8420	82	0,8146	92
0,8394	83	0,8118	93
0,8366	84	0,8090	94
0,8340	85	0,8062	95
0,8314	86	0,8034	96
0,8286	87	0,8005	97

0,8258	88	0,7976	98
0,8230	89	0,7948	99
		0,7917	100

## 54. Buxar kondensatın codluğunun təyini

### 54.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodikadan buxar kondensatın codluğu 10-200 mkqekv/dm<sup>3</sup> həddində olduqda istifadə olunur.

### 54.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Ammonium xlorid DÜİST 3773-72
- Sulu ammonyak DÜİST 3760-64
- Erixrom qara tindiqatoru TŞ 6-09-10-393-76, 2%-li spirt məhlulu və ya xromlu tündgöyün TŞ6-09-07-202-74 natrium xloridlə quru qarışığı 1:100, DÜİST 4919-77 görə hesablanır.
- Trilon B DÜİST 10652-73, 0,005 mol/dm<sup>3</sup> (0,01N) məhlul
- Büret 6-2-2 DÜİST 20292-74
- Silindr 1(3)-5 DÜİST 1770-74
- Ölçü kolbası 2-1000-2 DÜİST 20292-74
- Pipet 2-2-100 DÜİST 20292-74
- Kolba KH-2-250-34 TXC DÜİST 25336-82

### 54.3. Ölçü üsulu

Buxar kondensatın codluğunun təyində miqdari analizin həcmi üsulundan istifadə olunur. Üsul trilon B-nin Ca<sup>+2</sup> və Mg<sup>+2</sup> ionları ilə reaksiyasına əsaslanır (kompleks əmələgəlmə reaksiyası).

### 54.4. Analizə hazırlıq

Ammonyak bufer məhlulun hazırlanması: 54 qram ammonium xloridi 200sm<sup>3</sup> distillə suyunda həll edib, 250sm<sup>3</sup> sulu ammonyakla qarışdırırlar və həcmi distillə suyu ilə 1dm<sup>3</sup> çatdırırlar.

### 54.5. Ölçünün aparılmasının ardıcılığı

250sm<sup>3</sup> həcmli konusvari kolbaya 100sm<sup>3</sup> analiz olunan buxar kondensatı daxil edib, 5sm<sup>3</sup> ammonyak bufer məhlulu və 5 damcı erixrom qara T və ya 0,1qram xromlu tünd göy indiqatorun quru qarışığını əlavə edirlər. Nümunəni 0,005 mol/dm<sup>3</sup> trilon B məhlulu

ilə çaxırla-qırmızı rəngin yaşımtil-göy rəngə (erizrom qara T) və ya çəhrayı-qırmızının göyümtül-yasəmən rənginə keçənə qədər titirləyirlər. Titirləməni yavaş-yavaş aparırlar, kolbanı intensiv dövrü hərəkət edirlər.

Buxar kondensatın codluğunu A mkq-ekv/dm<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$A = a \cdot K \cdot 100$$

Burada:

*a* - titirləməyə sərf olunan 0,005 mol/dm<sup>3</sup> trilon B məhlulunun həcmi, sm<sup>3</sup>;

*K* - 0,005 mol/dm<sup>3</sup> trilon B məhlulunun düzəliş əmsali.

Analiz nəticəsi kimi iki paralel təyinin orta qiymətini qəbul edirlər.

## 55. Buxar kondensatın və duzsuzlaşdırılmış suyun qələviliyinin təyini

### 55.1. Təyini və tətbiq sahəsi

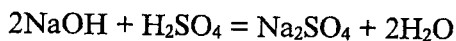
Metodikadan buxar kondensatın qələviliyi 10-200mkq-ekv/dm<sup>3</sup> həddində olduqda istifadə olunur.

### 55.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Sulfat turşusu DÜİST 4204-77, 0,005 mol/dm<sup>3</sup> (0,01N) məhlul
- Metil qırmızı TŞ-6-09-4070-75
- Metil mavi TŞ-6-09-29-76
- Metil qırmızı - metil mavi qarışıqlı indiqatora DÜİST 4919-77 görə hazırlayırlar.
- Fenolftalein DÜİST 5850-72 1%-li spirtli məhlul
- Büret 6-2-2 DÜİST 20292-74
- Pipet 2-2-100 DÜİST 20292-74
- Kolba KH-2-250-34 TXC DÜİST 25336-82

### 55.3. Ölçü üsulu

Buxar kondensatın qələviliyinin təyində miqdari analizin həcmi üsulundan istifadə olunur. Üsul qələvinin turşu ilə neytrallaşma reaksiyasına əsaslanır (neytrallaşma üsulu).



#### 55.4. Ölçünün aparılmasının ardıcılığı

250 sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbasına 100sm<sup>3</sup> analiz olunan sudan daxil edirlər, bir damcı fenolftalein əlavə edirlər və çəhrayı rəng itənə qədər sulfat turşusu məhlulu ilə titirləyirlər. Sonra 5-6 damcı qarışıq indiqatoru əlavə edirlər, məhlul yaşıl rəng alınır. Titirləməni yasəmən rəngə keçənə kimi davam etdirirlər və turşunun ümumi sərfini sm<sup>3</sup>-lə qeyd edirlər. Buxar kondensatın qələviliyini A mkq-ekv/dm<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$A = K \cdot a \cdot 100$$

Burada:

- a* - titirləməyə sərf olunan 0,005mol/dm<sup>3</sup> sulfat turşusu məhlulunun həcmi, sm<sup>3</sup>;  
*K* - 0,005mol/dm<sup>3</sup> sulfat turşusu məhlulunun düzəliş əmsali.

**Qeyd:** Əgər qarışıq indiqatoru əlavə etdikdə kolbadakı məhlul çəhrayı (yasəmən) rənginə boyanıbsa, onda turşuluğu 0,02mol/dm<sup>3</sup> natrium hidrokسيد məhlulu ilə yaşıl rəngə keçənə kimi titirləyərək təyin edirlər.

Turşuluğu X mkq-ekv/dm<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = K \cdot a \cdot 100$$

Burada:

- a* - titirləməyə sərf olunan 0,01mol/dm<sup>3</sup> natrium hidrokسيد məhlulunun həcmi, sm<sup>3</sup>;  
*K* - 0,01mol/dm<sup>3</sup> natrium hidrokسيد məhlulunun düzəliş əmsali.

### 56. Buxar kondensatda xloridlərin təyini

#### 56.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodika xloridlərin miqdarı 1-10 mq/dm<sup>3</sup> həddində olduqda istifadə olunur.

#### 56.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Civə nitrat DÜİST 4520-78, 0,005mol/dm<sup>3</sup> (0,001n) məhlul
- Nitrat turşusu DÜİST 4461-77, 5%-li məhlul
- Difenilkarbazon DÜİST 17551-72 və ya 1,5-difenilkarbazid DÜİST 5859, hazırlayırlar DÜİST 4919-1-77 görə
- Büret 6-2-2 DÜİST 20292-74
- Pipet 2-2-100 DÜİST 20292-74
- Kolba KH-2-250-34 TXC DÜİST 25336-82



### 56.3. Ölçü üsulu

Buxar kondensatda xloridlərin təyində miqdarı analizin həcmi üsulundan istifadə olunur. Üsul indiqator difenilkarbazon və ya difenilkorbozidin iştirakı ilə xlor ionların cıvə nitrat məhlulu ilə qarşılıqlı reaksiyasına əsaslanır.

### 56.4. Ölçmənin aparılmasının ardıcılığı

250 sm<sup>3</sup> həcmli konusvari kolbaya pipet vasitəsi ilə 100sm<sup>3</sup> buxar kondensatını daxil edirlər, 1sm<sup>3</sup> 5%-li HNO<sub>3</sub> məhlulu və 5 damcı indiqator məhlulu əlavə edib açıq-bənövşəyi rəng alınana qədər 0,005 mol/dm<sup>3</sup> cıvə nitrat məhlulu ilə titirləyirlər.

Buxar kondensatda xloridlərin miqdarını A mq/dm<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$A = \frac{a \cdot k \cdot 0,3546 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- a* - titirləməyə sərf olunmuş 0,005mol/dm<sup>3</sup> cıvə nitrat Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> məhlulun həcmi, sm<sup>3</sup>;
- k* - 0,005mol/dm<sup>3</sup> cıvə nitrat Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> məhlulunun düzəliş əmsalı;
- V* - analiz üçün götürülmüş nümunənin həcmi, sm<sup>3</sup>;
- 0,3546 - 0,005mol/dm<sup>3</sup> cıvə nitrat Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> məhlulunun 1sm<sup>3</sup>-nə uyğun olan xlorun miqdarı, mq.

## 57. Permanınat üsulu ilə buxar kondensatın oksidləşmə qabiliyyətinin təyini

### 57.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodikadan buxar kondensatın oksidləşməsi 2-10mq O<sub>2</sub>/dm<sup>3</sup> həddində olduqda istifadə olunur.

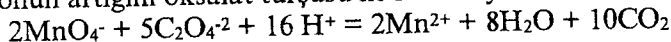
### 57.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Sulfat turşusu DÜİST 4204-77 qatılıqlı
- Kalium permanınat DÜİST 20490-75, 0,002mol/dm<sup>3</sup> (0,01N) məhlul
- Oksalat turşusu TŞ 6-09-1519-77, 0,005 mol/dm<sup>3</sup> (0,01n) məhlul
- Kolba KH-2-250-34 TXC DÜİST 25336-82

- Ölçü silindirləri 1-25 və ya 3-35, 1-100 və ya 3-100 DÜİST 1770-74
- Pipet 2-2-100 DÜİST 20292-74
- Büret 1-2-25 dərəcəsi 0,1 DÜİST 20292-74
- Pipet 2-2-10 DÜİST 20292-74
- Qıf B-56-80 TC DÜİST 25336-82
- Elektrik piltəsi

### 57.3. Ölçmə üsulu

Buxar kondensatın oksidləşməsinin təyininə miqdarı analizin həcmi üsulundan istifadə olunur. Üsul kondensatda olan üzvi maddələrin turşu mühitində kalium permanınatla oksidləşməsinə və sonra onun artığını oksalat turşusu ilə reduksiyasına əsaslanır.



### 57.4. Analizə hazırlıq

Sulfat turşusu məhlulunun hazırlanması. Distillə suyun 3 həcminə ehtiyatla sulfat turşusunun bir həcmi tökürlər, məsələn, 15 sm<sup>3</sup> distillə suyuna 5sm<sup>3</sup> sulfat turşusu tökürlər. Sonra zəif çəhrayı rəng alınana qədər 0,002 mol/dm<sup>3</sup> kalium permanınat məhlulu əlavə edib, qarışığı yarım saat qaynadırlar, əgər rəng itirsə yenə də permanınat məhlulu əlavə edirlər.

### 57.5. Ölçmənin aparılma ardıcılığı

250sm<sup>3</sup> həcmli konusvari kolbaya pipet vasitəsi ilə 100sm<sup>3</sup> buxar kondensat daxil edirlər, 5sm<sup>3</sup> hazırlanmış sulfat turşusu məhlulu və pipet və ya büret vasitəsi ilə 10sm<sup>3</sup> 0,002mol/dm<sup>3</sup> kalium permanınat məhlulu əlavə edirlər və bir bərabərdə qaynamaq üçün bir neçə ədəd şüşə kapilyarlar daxil edirlər. Kolbaya borusu kəsilmiş balaca qıf qoyub, məhlulu qaynayana qədər qızdırırlar və bu andan 10 dəqiqə qaynadırlar.

Qaynama qurtardıqdan sonra kolbaya pipet və ya büret vasitəsi ilə 10 sm<sup>3</sup> 0,005mol/dm<sup>3</sup> oksalat turşusu məhlulu daxil edib, isti məhlulu açıq-çəhrayı rəngə qədər 0,002n natrium permanınat məhlulu ilə titirləyirlər. Paralel olaraq yoxlama təcrübəsi aparırlar. Bunun üçün pipet ilə 100sm<sup>3</sup> distillə suyu götürüb və analizin bütün mərhələlərini təkrar edirlər.

Buxar kondensatın oksidləşmə qabiliyyətini A mq O<sub>2</sub>/dm<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$A = \frac{(a - b) \cdot k \cdot 0,08 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- a* - *tədqiq olunan nümunənin titirlənməsinə sərf olunan 0,002 mol/dm<sup>3</sup> kalium permanganat məhlulunun həcmi, sm<sup>3</sup>;*
- b* - *yoxlayıcı təcrübənin titirlənməsinə sərf olunan 0,002 mol/dm<sup>3</sup> kalium permanganat məhlulunun həcmi, sm<sup>3</sup>;*
- k* - *0,002 mol/dm<sup>3</sup> kalium permanganat məhlulunun düzəliş əmsalı;*
- 0,08* - *0,002 mol/dm<sup>3</sup> kalium permanganat məhlulunun 1sm<sup>3</sup> uyğun olan O<sub>2</sub>-nin miqdarı, mq;*
- V* - *analizə götürülən nümunənin həcmi, sm<sup>3</sup>.*

**Qeyd:** Oksidləşmə qabiliyyəti yüksək olduqda, pipetka ilə analiz üçün götürülən nümunənin həcmi 50;25 və y 10sm<sup>3</sup> qədər azaldırlar. Ölçü silindrlə distillə suyunu elə həcmdə əlavə edirlər ki, həcm 100sm<sup>3</sup> təşkil etsin.

## 58. Qazda kükürlü birləşmələrin təyini

### 58.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodika qazda kükürlü birləşmələrin ümumi miqdarı 0÷10 mq/m<sup>3</sup> həddində olduqda istifadə olunur.

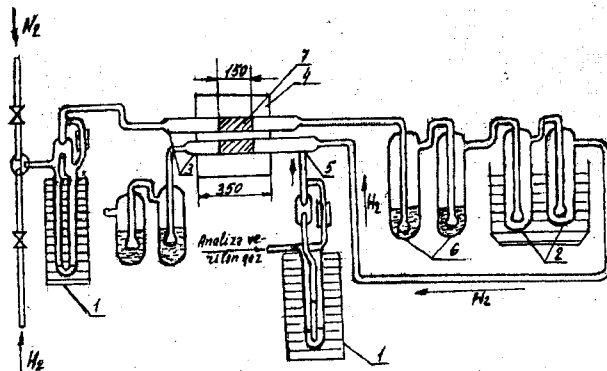
### 58.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Borulu elektrik sobası tip CUOL 0,4 4/12M2U TŞ 6-531-438-73 DÜİST 13474-74 uzunluğu 20-30sm
- Termocüt XK DÜİST 6616-74
- Kvars boru DÜİST 8680-73 uzunluğu 50-60sm Ø10mm
- Aerometrlər DÜİST 9932-75 azotun və hidrogenin sürətini ölçmək üçün
- Elektrik pilitəsi PEK 800/3 TŞ 208-74
- Termometr TL-2 DÜİST 215-73 0-100°C
- Absorber
- Qazları yumaq üçün şüşə qab CH-1-200 DÜİST 25336-82
- Kimyəvi stəkan həcmi 1000ml B-1-1000 TC DÜİST 25336-82
- Fotoelektroklorimetr FEK -56M DÜİST 12083-78
- Platin tor və ya spiral uzunluğu 10-15sm; 0,2-0,3mm diametrlili simdən hazırlanır
- Natrium hidrokسيد DÜİST 2263-79 0,1n məhlul

- Natrium tiosulfat CTCEB 223-75
- Yod DÜİST 4159-79, 0,02n məhlul
- Natrium sulfid DÜİST 596-78
- Dəmir xlorid DÜİST 11159-76
- Xlorid turşulu dimetil- parafenilendiamin MPTU6-09-4945-68
- Həll olunan nişasta DÜİST 10163-76 0,5%-li məhlul
- Balonda hidrogen DÜİST 3022-80
- Balonda azot DÜİST 6709-72
- Konusvari kolbalar KH-1-250-14123 DÜİST 25336-82
- Ölçü kolbaları 2-100-2; 2-250-2; 2-500-2 DÜİST 1770-74
- Pipetkalar 1-1-1; 2-1-10; 2-1-20 DÜİST 20292-74
- Büretkalar 1-1-25,0,1 DÜİST 20292-74

### 58.3. Ölçmə üsulu

Qazda kükürlü birləşmələrin miqdarını təyin etmək üçün miqdarı analiz üsulundan istifadə olunur. Üsul 900-1000°C –də platin katalizatorunda, hidrogen sulfidin alınması ilə nəticələnən, kükürlü birləşmələrin hidrogenləşdirməsinə və parçalanmasına əsaslanır. Qurğunun sxemi şəkil 58.3.1-də verilmişdir. Turş mühitdə dəmir xloridin iştirakı ilə hidrogen sulfidin dimetilparafenilendiaminlə reaksiyası nəticəsində alınan metil mavi fotokalorimetrik üsulu ilə təyin olunur.



Şəkil 58.3.1. Etilen və propilen kükürlü birləşmələrin təyini qurğusunun sxemi.

- 1) rotametr; 2) su yuyucuları; 3) kvars reaktorları; 4) elektrik soba; 5) analiz olunan qazı vermək üçün yan ötürücü boru; 6) 0,1n natrium hidroksid məhlullü uducular, 7) platin katalizator.

#### 58.4. Analizə hazırlaq

Dəmir xlorid məhlulu: 1,22qram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  25sm<sup>3</sup> qatı xlorid turşusunda həll edib, 75sm<sup>3</sup> distillə suyu əlavə edirlər. Xlorid turşulu dimetil-parafenilendiamin 1,0 qramını 100sm<sup>3</sup> 1:1 HCl məhlulunda həll edirlər.

#### 58.5. Dərəcələmə grafikinə qurulması

Natrium sulfidin standart məhlulunun hazırlanması: 0,353 qram  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  500sm<sup>3</sup> 0,1n NaOH məhlulunda həll edirlər. Bu məhlulun 1 sm<sup>3</sup> 0,1 qram  $\text{H}_2\text{S}$  uyğun olmalıdır. Əsas məhlulun qatılığını yodometrik üsulu ilə təyin edirlər. Bunun üçün şliffənmiş tıxaclı kolbaya 20sm<sup>3</sup> 0,02n yod məhlulu daxil edib, 10sm<sup>3</sup> 10%-li HCl məhlulu və 20sm<sup>3</sup> əsas standart məhlulu əlavə edərək, qarışdırırlar və 10 dəqiqə qaranlıq yerdə saxlayırlar. Sonra yodun artığını 0,02n  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  məhlulu ilə titirləyirlər. Yoxlayıcı təcrübəni eyni reaktivlərlə aparırlar lakin standart məhlulu əvəzinə 20sm<sup>3</sup> distillə suyu əlavə edirlər.

Hidrogen sulfidin miqdarını  $X_1$  mq/sm<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla təyin edirlər:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot k \cdot 0,34}{20}$$

Burada:

- $V_1$  – yoxlama təcrübənin titirlənməsinə sərf olunan 0,02n  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  məhlulun miqdarı, sm<sup>3</sup>;
- $V_2$  – işçi nümunənin titirlənməsinə sərf olunan 0,02n  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  məhlulun miqdarı, sm<sup>3</sup>;
- $k$  – 0,02n  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  məhlulun düzəliş əmsalı;
- 0,34 – 0,02n  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  məhlulun 1 sm<sup>3</sup>-na uyğun olan  $\text{H}_2\text{S}$ -nin miqdarı, mq;
- 20 – titirləmə üçün götürülmüş əsas standart məhlulun həcmi, sm<sup>3</sup>.

$\text{Na}_2\text{S}$  əsas standart məhlulunu 250sm<sup>3</sup> həcmli kolbada 0,1n NaOH məhlulu ilə durulaşdıraraq, tərkibində 0,001 mq/sm<sup>3</sup>  $\text{H}_2\text{S}$  olan işçi standart məhlulunu hazırlayırlar.

Dərəcələmə qarışıqlarını hazırlamaq üçün 50sm<sup>3</sup> həcmli ölçü kolbaların hərəsinə 20sm<sup>3</sup> 0,1n NaOH məhlulu və tərkibində 0,001mq/sm<sup>3</sup>  $\text{H}_2\text{S}$  olan işçi standart məhlulunu 1-dən 10sm<sup>3</sup> qədər əlavə edirlər. Sonra hər kolbaya 6sm<sup>3</sup> dimetilparafenilendiamin

məhlulu və  $1\text{sm}^3$   $\text{FeCl}_3$  məhlulu əlavə edirlər. Həcmi distillə suyu ilə  $50\text{sm}^3$  çatdırıb, qarışdırırlar və 25-30 dəqiqədən sonra yoxlayıcı təcürübə nisbətə işıq udma qatı 50mm olan küvetdə qırmızı işıq filti-rində onların optiki sıxlığını ölçürlər.

Alınan göstəricilərə görə dərəcələnmə qrafikini qururlar.

### 58.6. Ölçmənin aparılmasının ardıcılığı

Yanma qurğusuna platin katalizatorunu çirkləndirməmək üçün balondan hidrogen və ya azot axınının sərfi və  $60-90^\circ\text{C}$  temperatur-da su ilə doldurulmuş yuyucudan keçir. Sərf ölçən analiz olunan qazın verilməsinə xidmət edir. Platin katalizator kvars boruda yerləşir. Katalizatorlu borunu elektrik sobasına qoyub, içində  $10\text{sm}^3$   $0,1\text{n}$   $\text{NaOH}$  məhlulu olan absorberə birləşdirirlər. Absorberdən çıxan qaz sorucu xəttə verilir.

Analizdən əvvəl sistemi 5-10 dəqiqə azotla üfürürlər, sonra  $200-300\text{sm}^3/\text{dəq}$  sürətlə hidrogen qoşurlar. Sərf ölçəndən yan boruya hidrogenləşdirməyə verilən analiz olunan qazın sürəti  $10-20\text{sm}^3/\text{dəq}$  olmalıdır. Kükürdün miqdarı  $1\text{mq}/\text{m}^3$  qədər olduqda  $5\text{dm}^3$  qaz keçirirlər.

Qazın bütün həcmi keçəndən sonra, hidrogen verilməsini kəsirlər və sistemi 5-10 dəqiqə azotla üfürürlər. Absorbsiya məhlulunu  $50\text{sm}^3$  həcmli ölçü kolbaya boşaldırlar və absorberi  $5\text{sm}^3$  qaynadılmış distillə suyu ilə yaxalayıb həmin kolbaya boşaldırlar. Sonra ölçü kolbasına  $6\text{sm}^3$  xlorid turşulu dimetilparafenilendiamin məhlulunu və  $1\text{sm}^3$  dəmir xlorid məhlulunu əlavə edib, qarışdırırlar. 20-30 dəqiqədən sonra kolbadakı həcmi distillə suyu ilə  $50\text{sm}^3$  çatdırırlar və 5 dəqiqədən sonra udma qatın qalınlığı 50mm olan küvetdə dalğa uzunluğu  $\lambda = 650\text{mm}$ -də qırmızı filtirdə optiki sıxlığı ölçürlər.

Uyğun olaraq yoxlayıcı təcrübə aparırlar və absorbsiya məhlulunun əvəzinə  $10\text{sm}^3$   $0,1\text{n}$   $\text{NaOH}$  məhlulu götürürlər.

Kükürdün miqdarını  $\text{mq}/\text{m}^3$  aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$A = \frac{a \cdot 1000}{V \cdot K}$$

Burada:

- $a$  - dərəcələnmə qrafikindən tapılmış kükürdün miqdarı,  $\text{mq}$ ;
- $V$  - keçirilən qazın həcmi,  $\text{dm}^3$ ;
- $K$  - qazın həcmi normal şəraitə gətirən əmsal.

**Qeyd:** Hər bir analizdən sonra platin üzərində alınan hisi 700-900°C temperaturda hava axınında yandırmaq lazımdır.

## **59. Ağ yağda tret -butilperbenzoatın (katalizator C) kütlə payının təyini**

### **59.1. Təyini və tətbiq sahəsi**

Metodikadan ağ yağda üçüncü perbenzoatın miqdarı 4-10% həddində olduqda istifadə olunur.

### **59.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr**

- Xloroform DÜİST 20015-74
- Dəmir xlorid DÜİST 4147-74, 0,1%-li məhlulu
- Natrium yod DÜİST 8422-76, doymuş su məhlulu
- Natriumtiosulfat standart CEB 223-75 0,05n məhlul
- Həll olunan nişasta DÜİST 10163-76 1%-li məhlul
- Qapaqlı damcılایıcı DÜİST 9876-71
- Susuz asetat turşusu DÜİST 61-75
- Ölçü kolbaları DÜİST 1770-74 həcmi 100ml və ya 500ml , 2ədəd
- Kip tıxaclı konusvari kolbalar, 2ədəd
- Büret 3-1-25 DÜİST 20292-74 həcm 2ml, 15ml-3ədəd
- Laboratoriya tərəzisi BLP-200, 2sinif
- Distillə suyu DÜİST 6709-72

### **59.3. Ölçmə üsulu**

Ağ yağda üçüncü perbenzoatın təyininə miqdarı analizin həcmi üsulundan istifadə olunur. Üsul- katalizator-susuz asetat turşusunda həll olunmuş dəmir xloridin iştirakı ilə perefirin aktiv (fəal) oksigenin natrium yodla qarşılıqlı təsirinə və indikator-nişastanın iştirakı ilə ayrılan yodu natrium tiosulfatla titirlənməsinə əsaslanır.

### **59.4. Analizə hazırlıq**

0,1 qram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  100sm<sup>3</sup> susuz asetat turşusunda həll edilir. 0,002%-li məhlul hazırlamaq üçün 2sm<sup>3</sup> 0,1%-li məhlulu 100sm<sup>3</sup> qədər susuz asetat turşusu ilə durulaşdırırlar.

### 59.5. Ölçmənin aparılmasının ardıcillığı

250sm<sup>3</sup> həcmli kip tıxaclı konusvari kolbaya damcılایıcının köməyi ilə 0,0002 qram dəqiqliyi ilə 2 qrama yaxın ağ yağda həll olunmuş katalizator C-ni daxil edirlər. Sonra kolbaya 15 sm<sup>3</sup> xloroform daxil edib, kolbanın içindəkini 30 saniyyə azotla üfürürlər. Azotun əvəzinə bir neçə parça quru buz əlavə etmək olar. 15sm<sup>3</sup> 0,0002%-li FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O məhlulunu əlavə edib, qarışdırırlar. Sonra 2sm<sup>3</sup> natrium yodun doymuş məhlulunu əlavə edib, kolbanı tıxacla bağlayırlar, içindəkini qarışdırırlar və 10 dəqiqə qaranlıq yerdə saxlayırlar. Vaxt tamam olduqdan sonra ayrılan yodu məhlulda açıqsarı rəng alınana qədər 0,05n Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> məhlulu ilə titirləyirlər, 5-6 damcı nişasta məhlulu əlavə edərək rəng itənə qədər titirləməni davam etdirirlər. Eyni zamanda eyni şərtlərlə məhsulsuz yoxlayıcı təcrübə aparırlar.

Üçüncü butilperbenzoatın kütlə payını A%-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$A = \frac{(a - b) \cdot K \cdot 0,00485 \cdot 100}{g}$$

Burada:

- a* - işçi nümunəsinin titirlənməsinə sərf olunan natrium hiposulfatın miqdarı, sm<sup>3</sup>;
  - b* - yoxlayıcı təcrübənin titirlənməsinə sərf olunan natrium tiosulfatın miqdarı, sm<sup>3</sup>;
  - K* - 0,05n Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> məhlulunun düzəliş əmsalı;
  - g* - məhsulun kütləsi, qram;
- 0,00485 - 0,05n Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> məhlulun 1sm<sup>3</sup> -nə uyğun üçüncü butilperbenzoatın miqdarı, qram.

**Qeyd:** Natrium yodun əvəzinə kalium yoddan istifadə etmək olmaz.

## 60. Polietilenin səpələnmə kütləsinin təyini

### 60.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Vahid həcmə doldurulmuş tədqiq olunan dənəvər (səpələnen) maddənin kütləsi «səpələnmə kütlə» adlanır.

Metodikadan dənəvər polietilenin səpələnmə kütləsi 0,5-6,6q/sm həddində olduqda istifadə olunur.



## 60.2. Ölçü vasitələrinin tipləri

- Ölçü silindri 1,3-100sm<sup>3</sup> DÜİST 1770-74
- Texniki tərəzi TŞ25-06-385-75

## 60.3. Ölçü üsulu

Üsul müəyyən həcmli ölçü silindrində silkələnib sıxlaşdırılmış tədqiq olunan maddənin çəkilməsinə əsaslanır.

## 60.4. Ölçmənin aparılmasının ardıcılığı

0,1 qram dəqiqliklə çəkilmiş 100sm<sup>3</sup> həcmli ölçü silindrinə 100-cü cizgiyə qədər analiz olunan polietileni doldururlar.

Silindri taxta dəstəklə 5 dəfə yüngülcə vuraraq içindəkini sıxlaşdırırlar və məhsulun həcmi ölçürlər. Polietilenlə doldurulmuş silindri eyni dəqiqliklə çəkirlər.

Polietilenin səpələnmə dərəcəsi A q/sm<sup>3</sup> aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$A = \frac{G_2 - G_1}{V}$$

Burada:

- $G_1$  - boş silindrin çəkisi, qram;
- $G_2$  - silindrin propilenlə birgə çəkisi, qram;
- $V$  - polietilenin həcmi, sm<sup>3</sup>.

## 61. Hislə stabilləşmiş polietiləndə hisin kütlə payının təyini

### 61.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodikadan hislə stabilləşmiş polietiləndə hisin miqdarı 1-5 % həddə olduqda istifadə olunur.

### 61.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Termocütlə təhciz olunmuş mufel sobası TŞ79PCFCP337-72
- Latr
- Kvars boru DÜİST 8680-73 Ø20-25mm, ℓ=600mm
- Çini qayıqcıqlar DÜİST 6675-73, №1 və №2
- 500sm<sup>3</sup> həcmli Dreksel şüşə qabları DÜİST 10378-73
- odadavamlı poladdan qarmaq
- reometr DÜİST 9932-75
- pıraqallol A DÜİST 6408-75

- sulfat turşusu qatı DÜİST 4204-77
- analitik tərəzi BLP-20, 2sinif

### **61.3. Ölçü üsulu**

Hislə stabilləşmiş polietilendə hisi təyin etmək üçün 500°C temperaturda azotun axınında termiki parçalanma üsulundan istifadə olunur.

Qaz halında olan karbohidrogenlərin alınması ilə nəticələnən polietilenin parçalanma prosesi gedir, his isə qalır (hisin yanma temperaturu  $800 \pm 50^\circ\text{C}$ ).

### **61.4. Analizə hazırlıq**

- Pıraqallol A məhlulunu hazırlamaq üçün 24 qram pıraqallolu  $160\text{sm}^3$  21%-li KOH məhlulunda həll edirlər. Məhlulu tünd rəngli kip bağlanan qabda saxlayırlar.
- Drekskl şüşə qabların həcmnin  $2/3$  qədər uducu məhlul tökürlər.
- Azotu oksigendən təmizləmək üçün - pıraqallol məhlulunu
- Su buxarını udmaq üçün – sulfat turşusu.
- Su buxarının tam udulması üçün – molekulyar torlu filtirlər qoyulur. Uducu qabları kauçuk vasitəsi ilə birləşdirirlər.

### **61.5. Ölçmənin aparılmasının ardıcılığı**

Qayıqığı qırmızı rəng alana qədər mufel sobasında közərdirlər, eksikatora soyudurlar, çəkirlər və sabit çəkiyə gətirirlər. Analiz üçün polietilen nümunəsindən 0,0002 qram dəqiqliyi ilə 0,2-0,5 qram çini qayıqıqda çəkib yandırmaq üçün kvars boruya yerləşdirirlər. Sobanın mərkəzinə ən çox qızan hissəsinə boruya azot daxil olan tərəfdən qayıqığı yerləşdirirlər.

Sonra borunu rezin tıxacla kip bağlayırlar və azotu borunun o biri ucuna birləşdirirlər, qaz axının sürətini  $1,7 \pm 0,3\text{dm}^3/\text{dəqiqə}$  saxlayırlar. Sonra sobanı qoşurlar və 10 dəqiqə temperaturunun yüksəlməsinin  $350^\circ\text{C}$ -yə çatmasına nəzarət edirlər.

$350^\circ\text{C}$ -dən ÷  $450^\circ\text{C}$ -yə qədər 10 dəqiqə

$450^\circ\text{C}$ -dən ÷  $500^\circ\text{C}$ -yə qədər 10 dəqiqə

10 dəqiqə ərzində  $500^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  temperaturu saxlayırlar. Pirolyzi elə aparırlar ki, maddənin hissəcikləri azotla çıxarılmasın. Sistematik olaraq sobanın çıxışında azotun sürətini yoxlayırlar. Kvars bo-

rusunu sobadan çıxarıb 5 dəqiqə azotun axınında soyudurlar. Qayıqığı çıxarıb, eksikatora soyutduqdan sonra, çəkirlər. Çəkilmədən əvvəl qayıqıqdakı qalığa diqqətlə baxmaq lazımdır, onun tərkibində ərinmiş və kömürlənmiş polietilen olmasın. Qayıqıqda polietilen qalıqları olduqda, tədqiqatı təkrarlayırlar. Əgər tədqiqat müvəffəqiyyətlə yerinə yetirilibsə, onda yeni analizin aparılması üçün sobanın temperaturunu havanın üfürülməsi ilə 100°C-yə endirirlər.

Hislə stabilləşdirilmiş polietiləndə hisin kütlə payını A%-lə aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$A = \frac{a}{B} \cdot 100$$

Burada:

*A* - pirolizdən sonra qalığın kütləsi, qram;

*B* - analiz üçün götürülmüş polietilenin çəkisi, qram.

İki paralel təyininə yol verilən xəta 10% təşkil edir.

Analizə sərf olunan vaxt 1 saatdır.

## 62. Polietilenin tərkibində titan iki oksidin kütlə payının təyini

### 62.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodikadan rənglənmiş (ağ) polietiləndə titan iki oksidin miqdarı 0,2÷0,5% həddində olduqda istifadə olunur.

### 62.2. Ölçü vasitələrin tipləri

- Mufel sobası qızma temperaturu 1000°C-ə qədər
- Eksikator DÜİST 6371-73
- Platin puta №7 DÜİST 6563-75
- Odadavamlı poladdan qarmaq 1əddəd
- Analitik tərəzi BLP-200,2 sinif

### 62.3. Ölçmə üsulu

Üsul polietilenin 550÷600°C parçalanmasına və alınan qalıqın – titan oksidin çəkilməsinə əsaslanır.

#### 62.4. Ölçmənin aparılmasının ardıcılığı

Əvvəlcədən sabit çəkiyə gətirilmiş platin putaya 0,0002 qram dəqiqliyi ilə 10 qram polietilen çəkirlər. Putanı mufel sobasına yerləşdirirlər və 550°C-də polietilen külə dönənə qədər yandırirlər, sonra mufelin temperaturunu 950°C-yə qədər qaldırırlar 1 saat ərzində yandırmanı davam etdirirlər. Vaxt tamam olduqdan sonra, mufelin qapısını açırlar, sobanı elektrik şəbəkəsindən ayırırlar və puta ilə qalığı soyudurlar. Putanı eksikatora keçirirlər və soyuduqdan sonra çəkirlər.

Polietilendə titan iki oksidin kütlə payını A%-lə aşağıdakı düsturla təyin edirlər:

$$A = \frac{b \cdot 100}{q}$$

Burada:

- q* - analiz üçün götürülmüş rənglənmiş polietilenin çəkisi, qram;  
*b* - közərdikdən sonra qalığın kütləsi, qram.

### 63. Polietilendə benzoanın kütlə payının təyini

#### 63.1. Təyini və tətbiq sahəsi

Metodikadan polietilendə stabiləşdiricinin benzoanın miqdarı 0÷2% həddində olduqda istifadə olunur.

#### 63.2. Ölçü vasitələrin tipləri, reaktivlər və standart nümunələr

- Spektrofotometr tip CF-4A; CF-8; CF-9; CF-16; CF-26
- Elektrik məişət piliəsi TŞ 92-208-74 tip PEK və ya su hamamı TŞ 46-22-587-75
- Ekstraksiya üçün konusvari kolba KH-1-250 DÜİST 25336-82, 2ədəd
- Ölçü kolbası 1-100-2 DÜİST 1770-74, 2ədəd
- Ölçü kolbası 1-50-2 DÜİST 1770-74, 2ədəd
- Şüşə soyuducu DÜİST 25336-82 tip XŞ KŞ 1-200-29/32, 2 ədəd
- Konusvari adi qıf DÜİST 25336-82, 2ədəd
- Pipet 2-2-10 DÜİST 20292-74, 1ədəd
- Ölçü silindri 3-50 DÜİST 1770-74, 1ədəd
- Laboratoriya termometri TL 0<sup>o</sup>-100<sup>o</sup> DÜİST 215-73, 1ədəd
- Şlifli şüşə tıxaclar №29 2ədəd
- Filtir kağızı (göy lent) DÜİST 12026-74

- Xloroform DÜİST 3160-74
- Benzoanın TŞ 6-14-197-76

### 2.63.3. Ölçü üsulu

Polietilendə benzoanın miqdarının təyində miqdarı analizin spektrofotometrik üsulundan istifadə olunur. Bu üsul xloroformda həll olunmuş benzoanın  $\lambda = 288$  HMK-da ultrabənövşəyidə maksimum udulmasının ölçülməsinə və işçi məhlulun uduculuq intensivliyini qrafikə görə standart məhlullar seriyasının uduculuq intensivliyi ilə müqayisəsinə əsaslanır.

### 63.4. Analizə hazırlıq

Spektrofotometri şəbəkəyə qoşaraq cihazı 20 dəqiqə qızdırırlar.  $100\text{sm}^3$  xloroformda benzoanın miqdarı  $0 \div 2\text{mq}$  həddində olan standart məhlulların seriyasını hazırlayırlar.

Məhlulların optiki sıxlığını uducu qatın qalınlığı 10mm olan kvarts küvetdə dalğa uzunluğu  $\lambda = 288$  HMK-da xloroformun nisbətində görə təyin edirlər. Alınan göstəricilərə əsaslanaraq xloroformda benzoanın optiki sıxlığının qramla miqdarından asılılığının qrafikini qururlar.

### 63.5. Analizin aparılması

250ml həcmli konusvari kolbada 0,0002 qram dəqiqliyi ilə 1 qram polietilen çəkirlər və silindr vasitəsi ilə  $50\text{sm}^3$  xloroform əlavə edirlər. Kolbanı soyuducuya birləşdirib ehtiyatla kolbanın içindəkini su hamamında ya da elektrik piliəsində 45 dəqiqə  $45 \div 50^\circ\text{C}$  -də qızdırırlar. Kolbanı soyudurlar.  $10\text{sm}^3$  xloroformla soyuducunu yuyurlar, kolbanı soyuducudan ayırırlar, tıxacla bağlayıb, axar su vannasında 15 dəqiqə soyudurlar.  $50\text{sm}^3$  xloroformu qızdıraraq eyni şərtlərlə yoxlayıcı təcrübə aparırlar. Buxarlanmanın qarşısını almaq üçün (xloroformun qaynama temperaturu  $61^\circ\text{C}$ ), qızmanı ehtiyatla aparırlar. Soyumuş məhlulları iki qat «göy lent» filtrindən  $100\text{sm}^3$  ölçü kolbasına süzülür. Filtiratin ümumi həcmi  $100\text{sm}^3$  çatana qədər kolbanı və filtrdəki dənələri xloroformla yuyurlar. Yaxşıca qarışdırıb, işçi məhlulun  $10\text{sm}^3$  pipetka ilə  $50\text{sm}^3$  həcmli ölçü kolbasına keçirib, xloroformla həcmi  $50\text{sm}^3$ -ə çatdırıb qarışdırırlar.

İşçi məhlulun sıxlığını yoxlayıcı məhlulun sıxlığının nisbətində görə  $\ell=10\text{mm}$  küvetdə  $\lambda=288$  HMK dalğa uzunluğunda ölçürlər. Dərəcələmə qrafikindən  $100\text{sm}^3$  xloroformda olan qramla benzoanın miqdarını tapırlar.

Polietiləndə benzoanın kütlə payını X%-lə aşağıdakı düsturla təyin edirlər:

$$X = \frac{C \cdot 100 \cdot 50}{q \cdot 10}$$

Burada:

*C* - dərəcələnmə qrafikinə görə  $100\text{sm}^3$  xloroformda tapılmış benzoanın miqdarı, qram;

*q* - analiz üçün götürülmüş polietilenin çəkisi, qram.

## 64. Bor

Borun təyini üçün iki fotometrik metod təklif olunur – karmin turşusu və kurkuminlə.

Fotometrik üsulları borun təyini üçün çox spesifik və dəqiqdir. Onlardan həm az qatılıqlarda həm də uyğun durulaşmadan sonra yüksək qatılıqda olan borat turşusunun təyində istifadə olunur. Borun təyininə florid ionları mane olur. Bu halda nümunəyə natrium ya kalium ftorid ionların əlavə olunması və brilliant yaşılı, mətilen göyü və başqa oxşar boyaq maddələrin ionları ilə ion assosiatlar əmələ gətirən alınan ftorborat ionların  $\text{BF}_4$  təyini tövsiyyə olunur.

Çirkab suyun nümunəsini polietilen qabda və ya qələviyə qarşı davamlı və tərkibində bor olmayan şüşədən hazırlanmış qabda saxlayırlar.

### 64.1. Kurkuminlə fotometrik metod.

#### Metodun mahiyyəti

Turş mühitdə borat turşusu kurkuminlə reaksiyaya girdikdə qırmızı rəngli kompleks əmələ gəlir. Bu kompleksdə borun kurkuminlə nisbəti 1:2 bərabərdir.

İşıqudulmanın molyar əmsalı çox yüksəkdir  $18 \cdot 10^4$  yaxın. Reaksiya ağır gedir, onu sürətləndirmək üçün məhlula oksalat turşusu daxil edirlər, lakin bu halda eyni rəngli başqa maddə – rubrokurkumin alınır, onun tərkibinə daxil olan bor, kurkumin və oksalat

lat turşusu aşağıdakı 1:1:1 nisbətindədir.Uyğun olaraq, udulmanın molyar əmsalı iki dəfə azalır.

Borun qatılığı 0,10-1,0 mq/ℓ olduqda bu metoddan istifadə olunur. Nümunəni əvvəlcədən buxarlandırmaqla bu diapazonu genişləndirmək olar.

#### **64.2.Mane olan maddələr**

Nitratların qatılığı 20 mq/ℓ və codluq duzların miqdarı 2 mq.ekv/ℓ çox olduqda, onlar təyinə mane olur. Bunların mane olan təsiri ondan ibarətdir ki, onlar spirtdə az həll olduğuna görə çöklər.Təyindən əvvəl bu çöküntünü süzmək lazımdır. Nadir hallarda sularda təsadüf olunan titan, sirkonium, molibden, volfram, berilium və germanium təyinə mane olur. Onları əvvəlcədən ionitlər vasitəsi ilə ayırırlar.

#### **64.3.Reaktivlər**

- borat turşusunun standart məhlulu. Əsas məhlul. 576,1mq susuz borat turşusunu  $H_3BO_3$  distillə suyunda həll edib 1 litrə qədər durulaşdırırlar.Alınan məhlulun 1ml-də borun miqdarı 1000ml-də borun miqdarı 1mkq-dır.

- Etil spirti, 95%-li

- kurkumin məhlulu. 40mq narın əzilmiş kurkuminli və 5,0 qram oksalat turşusunu 80ml 95% etil spirtində həll edirlər. 4,2ml qatı HCl əlavə edirlər, 100 ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər və cizgiyə qədər etil spirti ilə durulaşdırırlar. Soyuducuda saxladıqda bu məhluldan bir neçə gün istifadə etmək olar.

#### **64.4.Təyinatın gedişi**

Analiz olunan nümunədə borun miqdarı 0,10-1,0 mq/ℓ olduqda, 1,00 ml nümunədən götürülər. Nümunədə borun qatılığı 1,0 mq/ℓ yüksək olduqda, nümunəni distillə suyu ilə elə durulaşdırırlar ki, tərkibində təqribən 0,5 mkq bor olsun. Götürülən nümunəni kiçik kasaya keçirirlər, 4 ml kurkumin məhlulu əlavə edib, ehtiyatla qarışdırırlar. Sonra kasanı  $55\pm 2^\circ C$  qədər qızdırılmış su hamamına qoyduqda onun dibi bir azca suya salınmalıdır və 80 dəqiqə qızdırırlar. Bu müddət spirtin tam buxarlanmasına və HCl-un kənarlaşdırılmasına kifayətdir. Sonra kasanı otaq temperaturuna qədər soyudurlar, 10,0ml 95%-li spirt əlavə və qırmızı rəngli

reaksiya məhsulu tam həll olunana qədər ehtiyatda qarışdırırlar. Məhlulu 25 ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər, kasanı qarışdırırlar. Nümunənin qurudulmasından sonra 1 saatdan gec olmayaraq,  $\lambda=540\text{HM}$  məhlulun optiki sıxlığını ölçürlər. Təyinin nəticəsi dərəcəli qrafikindən tapılır. Qrafiki qurmaq üçün kiçik buxarlandırıcı kasalara 0; 0,25; 0,50; 0,75; və 1,00 ml borat turşusunun işçi standart məhluldan töküüb distillə suyu ilə bütün məhlulların həcmi 1 ml-ə çatdırırlar və nümunənin analizində olduğu kimi davam edirlər.

## 65. Gümüş

Gümüşə bəzi filiz sularında və kinofotosənayesinin çirkab sularında təsadüf olunur. Bu sularla o həm həll olunmuş və həll olunmamış halda ola bilər.

İçməli və səthi sularla bəzən gümüş tapılır, onun mənbəyi bakterisid və alqisid preparatları olur.

Gümüşü təyin etmək üçün n- dimetilaminobenzilidenprodaninlə fotometrik metod təklif olunur.

n- dimetilaminobenzilidenprodaninlə fotometrik metod.

### 65.1. Metodun mahiyyəti

Gümüş ionları n-dimetilaminobenzilidenprodaninlə reaksiyaya girərək qırmızı rəngli praktiki suda həll olunmayan birləşmə əmələ gətirir. Bu birləşmədə nisbət reagent, gümüş 1:1 nisbətində bərabərdir. Asetonun iştirakı ilə (optimal qatılıqda 5%) və stabilizatorunun - qummiarabik və ya jelatin əlavə etdikdə yetərincə davamlı kolloid məhlulu alınır.

Məhlul zəif turşulu olmalıdır – turşunun optimal qatılığı 0,5N nitrat turşusuna ( $\text{pH}\approx 1,8$ ) uyğundur. Maksimal işıqudulma  $\lambda=450\text{HM}$ -də,  $\epsilon=2,0\cdot 10^4$ . Məhlul maksimal rəngi 5 dəqiqədən sonra olur. Sonra rəng tədricən solur.

### 65.2. Mane olan maddələr

Turşu mühitdə gümüş kimi reaksiyaya girən qızıl, platin, palladium və civə təyinə mane olurlar. Mis (II) təyinə mane olur. Təyinə mane olan gümüşlə kompleks ya az həll olunan birləşmələr əmələ gətirən bütün anionlar sianid-, rodanid-, tiosulfat, xlor-ionları



aiddir. Bunun üçündə gümüşün təyininədən əvvəl nitrat və sulfat turşuları ilə buxarlandırmanı aparmaq lazımdır.

### 65.3. Reaktivlər

- Aseton a.ü.t.
- n- dimetilaminobenzilidenprodaninlə, asetonunda 0,03% məhlul. Məhlulu tünd rəngli şüşə qabda saxlayırlar. Saxlanma müddəti 2 həftədir.
- Gümüş duzu, standart məhlul.
- Əsas məhlul. 105°C-də qurudulmuş 1,4452 qram  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  və ya 110°C qurudulmuş 1,5748 qram  $\text{AgNO}_3$  tərkibində 1 ml qatı sulfat və ya nitrat turşusu olan distillə suyunda həll edirlər və 1 qədər durulaşdırırlar.
- difenilkarbazid, 0,02% məhlul.
- xlorid məhlulu (qurğuşunun yüksək miqdarının təyininə lazım olur).
- 100 ml doymuş natrium xlorid məhluluna 15 ml su və 10 ml sıxlığı 1,19q/sm<sup>3</sup> olan xlorid turşusu əlavə edirlər.

### 65.4. Təyinatın gedişi

Analiz olunan çirkab suyun həcmi elə götürürlər ki, tərkibində qurğuşunun miqdarı 0,01-dən 0,1 mq qədər olsun, nümunəni metiloranja görə neytrallaşdırırlar, nümunəyə 1 ml sulfat turşusu və 0,5 ml saxlanmış sink sulfid suspenziya əlavə edirlər. Şüşə çubuqla arabir qarışdıraraq 1 saat saxlayırlar. Sonra çöküntünü süzürlər, çöküntü ilə filtiri 25ml həcmli stəkanın divarında hamarlayırlar, filtdən çöküntünü su ilə yuyub, 3 ml xlorid turşusunda həll edib və hidrogen sulfidi kənarlaşdırmaq üçün məhlulu qaynadırlar. Sonra 2-3 damcı nitrat turşusu əlavə edib, 1,5-2 ml həcmə qədər qovurlar və sentrifuqa sınaq şüşəsinə keçirirlər. Stəkanı qaynar su ilə yaxalayırlar və yuyucu suları sentrifuqa sınaq şüşəsində olan məhlulə əlavə edirlər (qurğuşunu çökdürməzdən əvvəl məhlulun həcmi 4 ml-dən az olmamalıdır, əks halda onu buxarlandırmaq lazımdır). 100-150 mq ammonium xloridi əlavə edib, fenol qırmızı indikatorun iştirakı ilə moruğu rəng alınana qədər ammoniyak məhlulu ilə neytrallaşdırırlar və məhlulə fenol qırmızı rəngi naringi rəngə (pH=6,8-7,0) keçənə qədər məhlulə susuz sirkə turşusu əlavə edirlər. Sonra eyni sirkə turşusundan 0,5 ml əlavə edirlər (onda xromat əlavə etdikdə qurğuşun  $\text{PbCrO}_4$  şəklində çökür), və ya 1 ml

40%-li ammonium asetat məhlulu əlavə edirlər (onda xromatı əlavə etdikdə qurğuşun  $K_2Pb(CrO_4)_2$  şəklində çökür). 1ml kalium xromat məhlulunu əlavə edərək, kolbanın içindəkini qarışdırırlar və bir neçə saat saxlayırlar.

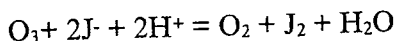
## 66. Ozon

Kimyəvi və bioloji təmizləmədən sonra çirkab sularında olan çətin oksidləşən üzvi maddələri çox vaxt ozonlaşdırırlar. Ozonlaşmanın tam aparılmasını yoxlamaq üçün təmizlənmiş suda Ozonun qalıq miqdarını təyin etmək lazımdır.

### 66.1. Yodometrik metod

#### Metodun mahiyyəti

Analiz olunan nümunəyə kalium yodid əlavə etdikdə və məhlulu turşulaşdırdıqda yod ayrılır.



Alınan yod indikator kimi nişastanın iştirakı ilə tiosulfat və ya arsenit məhlulu ilə titirlənir.

Analiz olunan suyun tərkibində yodiddən yodu ayıran başqa maddələr, məsələn dəmir üç valentli (III), nitritlər, hidrogen piroksid, manqan dioksid və sairə ola bildiyinə görə, analiz olunan nümunənin təmiz hava və ya təmiz azotla üfürülməsi, ayrılan ozonu kalium yodid məhlulu ilə udulması və qəbuledicidə alınan yodun titrlənməsi tövsiyyə olunur.

Analiz olunan nümunədə başqa oksidləşdiricilər az miqdarda olduqda (ozonun miqdarı qədər və ya ondan az), yodometrik metodla təyin olunur. Nümunənin bir porsiyasında isə ozon üfürüldükdən sonra, kənar oksidləşdiricilərin miqdarının təyin olunması tövsiyyə oluna bilər. Hər iki titrləmənin nəticələrinin fərqi ozonun miqdarını göstərir.

Analiz olunan nümunənin tərkibində eyni zamanda «aktiv xlor» və ozon olduqda, onları ayrı-ayrı təyin edirlər.

## 66.2. Reaktivlər

- kalium yodid. Tərkibində yodat və reduksiyaedici qatışıqı olmayan 20 qram kalium yodidi 1 litr təzə qaynadılmış və soyumuş suda həll edirlər. Tünd rəngli şüşə qabda saxlayırlar.
- sulfat turşusu, 1n məhlul hazırlanır.
- natrium tiosulfat. 0,1n və 0,005n məhlullar. 25 qram  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1 litr təzə qaynadılmış distillə suyunda həll edirlər və alınan məhlulun titrini kalium bixromat və ya kalium hidroyodat (0,1 n məhlul) məhlulu ilə təyin edirlər. 50 ml 0,1n tiosulfat məhlulunu 1000 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Bu məhlulun titri analiz olunan gün təyin edilməlidir. 0,005n məhlulun 1ml tərkibində ozonun miqdarı 120mkq-dır.
- nişasta, 0,5%-li məhlul.
- yod. 0,1 və 0,005n məhlulları. 25ml distillə suyunda 40 qram KJ həll edirlər, 13 qram sublimasiya ilə təmizlənmiş yod əlavə edirlər, yod həll olunana qədər qarışdırırlar, 1litrə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar və standart (0,1n məhlul) tiosulfat məhlulu ilə məhlulun titrini təyin edirlər.

1 litr həcmli ölçü kolbasında kiçik həcmdə distillə suyunda 16 qram KJ həll edirlər, 50 ml 0,1n yod məhlulu əlavə edib cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun titrini ondan istifadə olunan gündə tiosulfatın standart məhluluna görə təyin edirlər. Məhlulu tünd rəngli şüşə qabda qaranlıq yerdə saxlayırlar və rezinlə təmasdan qoruyurlar.

## 66.3. Təyinatın gedişi

1 litr həcmli ölçü yuyucuya 800 ml analiz olunan nümunədən yerləşdirirlər və yuyucunu, içinə 400 ml KJ məhlulu tökülmüş, qəbuledici ilə birləşdirirlər. Sonra 5 dəqiqə ərzində yuyucudan 0,2-0,5 l/dəqiqə. Sürətlə təmiz hava və ya azot üfürürlər. Qəbuledicidən məhlulu 1 litr həcmli stəkana keçirirlər və qəbuledicinin divarlarını yuyub, yuyucu suyu əsas məhlula əlavə edirlər və 20 ml 1n sulfat turşusu əlavə edirlər. Alınan məhlulun pH-ı 2-dən az olmalıdır. Sonra azad yodun sarı rəngi itənə qədər 0,005n standart natrium tiosulfat məhlulu ilə titrləyirlər. 4 ml nişasta məhlulu əlavə edib, titrləməni məhlulun göy rəngi itənə qədər davam edirlər.

İstifadə olunan reaktivlərin tərkibində KJ-dan yodu ayıran və ya əksinə ayrılmış yodla reaksiyaya girən reduksiyaedici maddələrin

izi ola bilər, bu səbəbdən yoxlayıcı təyini aparırlar. Bunun üçün 400ml KJ məhlulu götürüb, 20 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 4 ml nişasta məhlullarını əlavə edirlər və əgər maye göy rəngə boyansa, o rəng itənə qədər tiosulfatla titrləyirlər. Məhlul rəngini dəyişmərsə, göy rəng alınana qədər onu 0,005n yod məhlulu ilə və sonra göy rəng itənə qədər tiosulfat məhlulu ilə titrləyirlər. Birinci halda titrləmənin nəticəsini əsas titrləmənin nəticəsindən çıxırlar, ikinci halda sərf olunan tiosulfat və yod məhlulların fərqi əsas titrləmənin nəticəsinə əlavə edirlər.

#### 66.4. Hesabat

Nümunədə ozonun miqdarını (X) mq/l aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = (a+b) \cdot K \cdot 0,005 \cdot 24/V$$

burada:

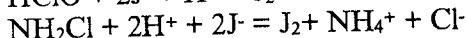
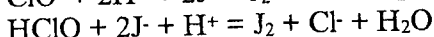
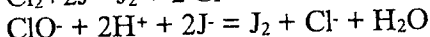
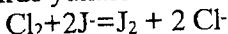
- a* - nümunənin titrləməsinə sərf olunan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> məhlulünün həcmi, ml.
- b* - yoxlayıcı təyində eyni məhlulun sərf olunmuş həcmi, ml.
- K* - tiosulfat məhlulunu dəqiq 0,005n gətirən düzəliş əmsali.
- 24* - ozonun molekulyar kütləsinin 1/2 hissəsi.
- V* - nümunənin həcmi, ml.

#### 67. Aktiv xlor

Suda sərbəst xlorun Cl<sub>2</sub>, xlorat turşusunun HClO, hipoxlorid-ionlarının ClO<sup>-</sup> (bu maddələrin nisbi miqdarı suyun pH-ı ilə təyin olunur) və xloraminlərin NH<sub>2</sub>Cl, NHCl<sub>2</sub>, NCl<sub>3</sub> cəmlərinin miqdarı «aktiv xlor» termini kimi anlaşılır.

##### 67.1. Yodometrik metod. Metodun mahiyyəti

Analiz olunan suyu turşulaşdırdıqda və ona kalium yodid əlavə etdikdə yuxarıda adları çəkilən maddələr yodu ayırırlar.



Ayrılan yodu nişastanın iştirakı ilə natrium tiosulfat məhlulu ilə titrləyirlər. Qeyd edək ki, xlorat turşusunun 1 molu (ya ClO<sup>-</sup> 1 molu

və ya  $\text{NH}_2\text{Cl}$  1 molu) 2 atom yod ayırır və bu da «aktiv xlorun» 2 moluna uyğundur, bu səbəbdən xlorat turşusuna, hipoxlorit-ionlara və monoxloraminə aid nəticələrin belə ifadə edilməsi şərtidir və bəzi anlaşılmazlıqlara gətirə bilər.

Başqa cür desək, suyun tərkibində xlorat turşusunun miqdarı 52,5mq və ya hipoxlorit-ionların 51,5mq və ya  $\text{NH}_2\text{Cl}$ -un 51,5mq olduqda 71mq «aktiv xlor» tapılacaq, yəni tapılan nəticə suda olan göstərilən maddələrin tərkibindəki xlorlardan çox olacaq.

### **67.2. Mane olan maddələr**

Çirkab sularında yodu kalium yoddan ayıran başqa oksidləşdiricilər də ola bilər, xromatlar, nitritlər, dəmir(III) duzları, xloratlar və sairə. Adi temperaturda analiz olunan suyu turşulaşdırdıqda, xloratlar kalium yoddan yodu ayırmırlar. Nitritlərin, heksasi-anoferratların (III) və ya mis və dəmir (III) duzların miqdarı çox olduqda, titrləməni daha zəif turşulu mühitdə aparırlar, bunun üçün suya  $\text{pH}=4,5$  olan sirkə - asetat bufer məhlulu əlavə edirlər. Lazım olduqda başqa oksidləşdiricilərin düzəlişini (çirkab sularda nadir hallarda olur), onlar xüsusi metodlarla təyin etdikdən sonra, əlavə edirlər.

### **67.3. Reaktivlər**

-natrium tiosulfat, 0,01N məhlul.

- kalium yodid.

- sirkə turşusu, 30%-li məhlul.

- nişasta 0,5% məhlul.

- sirkə-asetat bufer məhlulu,  $\text{pH}=4,5$ . 108ml 1n sirkə turşusu məhlulunu 98 ml 1n natrium asetat məhlulu ilə qarışdırırlar. Alınan qarışıqın həcmi distillə suyu ilə 1 litrə qədər çatdırırlar. 1n sirkə turşusu məhlulunu hazırlamaq üçün, 57 ml susuz sirkə turşusunun həcmi distillə suyu ilə 1 litrə qədər durulaşdırırlar, 1n natrium asetat məhlulunu hazırlamaq üçün 136 qram natrium asetatı  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  distillə suyunda həll edib 1 litrə qədər durulaşdırırlar.

#### 67.4. Təyinatın gedişi

Kip bağlanan şüşə tıxacılı konusvari kolbaya 50-100 ml analiz olunan sudan töküüb, 0,5 qram kalium yodid və 10 ml sirkə turşusu əlavə edirlər. 5 dəqiqədən sonra ayrılmış yodu 0,01n natrium tiolsulfat məhlulu ilə (aktiv xlorun miqdarı 1mq/ℓ-dən çox olduqda) və ya 0,005n natrium tiolsulfat məhlulu ilə (aktiv xlorun miqdarı 0,1-1mq/ℓ olduqda) titrləyirlər. Titrləmənin axırında 1-2 ml nişasta məhlulu əlavə edirlər.

#### 67.5. Hesabat

«Aktiv xlorun» miqdarını (X) mq/ℓ aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = a \cdot K \cdot 0,355 \cdot 1000 / V$$

burada:

- a* - titrləməyə sərf olunmuş natrium tiolsulfat məhlulun həcmi, ml.
- K* - natrium tiolsulfat məhlulunu dəqiq 0,01N gətirən düzəliş əmsali.
- V* - analiz olunan suyun həcmi, ml.
- 0,355 - 1ml 0,01N natrium tiolsulfat məhluluna xlorun ekvivalent miqdarı.

Analiz olunan suda nitritlərin, heksasiapoferratların (III) və ya mis və dəmir duzların miqdarı çox olduqda, sirkə turşusunun əvəzinə analiz olunan suyun hər 100 ml 6 ml sirkə-asetat bufer məhlulu əlavə edirlər. Suyun qələviliyi 4 mekv/ℓ-dən çox olduqda, əlavə olunan bufer məhlulunun miqdarını proporsional artırırırlar (hər qələviliyin 1mekv/ℓ 1,5 ml bufer məhlulu).

«Sərbəst aktiv xlor» və «əlaqəli aktiv xlor».

«Aktiv xlor» anlayışında birləşən maddələr iki qrupa bölünür, «sərbəst aktiv xlor» - güclü oksidləşdiricilər  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{HClO}$  və  $\text{ClO}^-$  və tərkibində ammonium ionları və ya ammoniyak olan çirkab suların xlorlaşmasında alınan «əlaqəli aktiv xlor» - nisbətən zəif oksidləşdiricilər  $\text{NH}_2\text{Cl}$ ,  $\text{NHCl}_2$  və  $\text{NCl}_3$ .

«Sərbəst aktiv xlorun» təyində adətən  $\text{Cl}_2 + \text{HClO} + \text{ClO}^-$  cəminin təyini ilə kifayətlənilir, ayrı-ayrı xloraminlərin miqdarını tapmaq üçün aşağıda göstərilən eksperimental metodlardan istifadə olunur.

## **67.6. Sərbəst aktiv xlorun, monoxloraminin və dixloraminin təyini**

**67.6.1. Metodun mahiyyəti.** Bu metod neytral mühitdə ( $\text{pH}=6,9$ ) sərbəst aktiv xlorun ( $\text{Cl}_2$ ,  $\text{HClO}$ ,  $\text{ClO}^-$ ) indiqator N,N-dietil-n-fenilendiaminlə ani gedən reaksiya nəticəsində qırmızı rəngli birləşmənin alınmasına əsaslanır. Bu mühitdə monoxloramin və dixloramin indiqatorla reaksiyaya girmirlər. Sərbəst aktiv xloru Mor duzu məhlulu ilə titrləyirlər. Sonra məhlula çox az miqdarda kalium yodid əlavə edirlər, onun katalitik təsiri nəticəsində monoxloramin dərhal indiqatorla reaksiyaya girərək qırmızı rəngli eyni birləşmə əmələ gətirir, onu da Mor duzu məhlulu ilə titrləyirlər.

Nəhayət, kalium yodidi çox artıqlıqla daxil edirlər və dixloramin reaksiyaya girir və alınan birləşməni eyni titirləmə ilə davam edirlər. Analiz olunan məhlulda azot üçxlorid  $\text{NCl}_3$  olduqda, o qismən dixloramin kimi təyin olunacaq.

$\text{NCl}_3$  -ün ayırma təyini aşağıda göstərilib. Birinci titrləmə yetərinə tez aparılmalıdır, bu zaman məhlulun  $\text{pH}=6,9$ -dan aşağı olmamalıdır, əks halda monoxloraminin bir hissəsi sərbəst aktiv xlorla birgə reaksiyaya girir. Dixloraminin tam reaksiyaya girməsinə sərf olunan vaxt, məhlulda kalium yodidin qatılığından və temperaturdan asılıdır. Məhlulun hər 100ml-nə 1 qram KJ əlavə etdikdə 2 dəqiqə gözlənilir. Əgər nümunənin temperaturu yüksəkdirsə, onda 1 dəqiqə gözləmək kifayətdir.

**67.6.2. Mane olan maddələr.** Nümunədə yüksək oksidləşmə dərəcələrində olan manqan təyinə mane olur. Onun təsiri təyinin gedişində qeydə alınır.

Misin mane olan təsirini kənarlaşdırmaq üçün bufer məhluluna və indiqator məhluluna EDTA əlavə edirlər. Azota hesablanmış 5 mq/l-dən artıq olmayan nitratlar təyinə mane olmurlar. Məhlulu saxladıqda həll olunmuş oksigen məhlulu zəif rəngə boyayır. Əmələ gələn xəta temperatur artdıqca çoxalır. Təklif olunan bufer məhlulu optimal şərait yaradır, bu zaman həll olunmuş oksigenin təsiri praktiki bürüzə vermir.

### **67.6.3. Reaktivlər.**

- N,N - dietil-n-fenildiamin, sulfat turşulu duz. 15qram dietil-n-fenildiaminin sulfat turşulu duzunu tərkibində xlor olmayan və 2 ml 10%-li (həcmə görə) sulfat turşusu və 2,5ml 0,8%-li EDTA məhlulu əlavə olunmuş distillə suyunda həll edirlər. Məhlulu 100 ml qədər durulaşdırırlar və tünd rəngli şüşə qabda

saxlayırlar. Qaldıqca məhlulun rəngi zəifləyir, bu dəyişiklik nəzərə cərpacaq qədər olduqda, təzə məhlul hazırlayırlar.

- fosfat-bufer məhlulu, pH=6,9. Distillə suyunda 48 qram  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  və 30 qram  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  həll edirlər, 100 ml 8%-li EDTA məhlulu əlavə edib, 1000ml qədər durulaşdırırlar.
- mor duzunun standart məhlulu.  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Təzə qaynadılmış və soyudulmuş distillə suyuna 1 ml 25%-li (həcmə görə) sulfat turşusu əlavə edirlər və 1,106 qram Mor duzu həll edirlər və 1 litrə qədər durulaşdırırlar.
- kalium yodid. 0,5%-li məhlul hazırlamaq üçün 0,5KJ 100 ml distillə suyunda həll edirlər. 10%-li məhlul hazırlamaq üçün 10 qram KJ 100 ml distillə suyunda həll edirlər.

67.6.4. Təyinatın gedişi. Sərbəst aktiv xlorun təyini. Kip bağlanan tıxacla təhciz olunmuş titrləmə kolbasına 5 ml fosfat bufer məhlulu (pH=6,9) və 5ml dietil-n-fenilendiaminin sulfat turşulu duzun məhlulunu töküüb, qarışdırırlar, 100 ml analiz olan nümunəni əlavə edib dərhal tam rəngsiz olana qədər Mor duzu məhlulu ilə titrləyirlər.

Monoxloraminin təyini. Sərbəst aktiv xloru təyin etdikdən sonra məhlula 1 ml 0,5%-li kalium yodid məhlulu əlavə edirlər, qarışdırırlar və rəng itənə qədər Mor duzu məhlulu ilə titrləyirlər.

Dixloraminin təyini. Monoxloraminin təyindən sonra 10 ml 10% kalium yodid məhlulu əlavə edib 2 dəqiqədən sonra rəng itənə qədər Mor duzu məhlulu ilə titrləyirlər.

Təxmin edirik ki, aktiv xlorun ümumi qatılığı 4 mq/l-dən azdır. Əks halda uyğun olaraq analiz üçün nümunənin daha kiçik həcmi götürürlər. Onda titrləmə kolbasına əvvəlcə indiqator və bufer məhlulları yerləşdirirlər və nümunənin həcmi 100 ml qədər durulaşdırılmasına lazım olan distillə suyu həcmi daxil edirlər və nümunənin lazım olan həcmi əlavə edirlər.

Nümunədə yüksək dərəcəli oksidləşmədə manqan olduqda, onun düzəlişini aşağıdakı üsulla tapırlar. Titrləmə kolbasına 1 ml 5%-li KJ məhlulu, 0,5 ml 0,5%-li natrium arsenit məhlulu və sonra 100 ml nümunə yerləşdirirlər. Qarışdırırlar 5ml indiqator məhlulu əlavə edirlər, əgər məhlul qırmızı rəngə boyansa onu rəng itənə qədər Mor duzu məhlulu ilə titrləyirlər. Titrləməyə sərf olunan Mor duzu məhlulun həcmi, yuxarıda göstərilən birinci titrləmədə yeni sərbəst aktiv xlorun təyində sərf olunan Mor duzu məhlulunun həcmindən çıxırlar.



**67.6.5.Hesabat.** Hər şəkildə olan aktiv xlorun (sərbəst aktiv xlor, monoxloramin və dixloramin) miqdarını (X) mq/ℓ aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = V_1 \cdot 0,1 \cdot 1000 / V$$

burada:

$V_1$  - uyğun olan birinci, ikinci və üçüncü titrləmədə sərf olunan Mor duzu məhlulunun həcmi, ml.

$V$  - analiz üçün götürülmüş nümunənin həcmi, ml.

0,1 - Mor duzu məhlulunun 1ml-ə uyğun olan aktiv xlorun miqdarı, mq.

### **67.7.Azot üçxloridin təyini**

Analiz olunan nümunədə sərbəst aktiv xlor olmadıqda, hesab etmək olar ki, onun tərkibində azot üçxloriddə yoxdur. Azot üçxloridlə nümunədə eyni zamanda monoxloramin ola bilməz.

Beləliklə, analiz olunan qarışıqın mümkün tərkibi, sərbəst aktiv xlor-azot üçxlorid-dixloramindən ibarətdir. Bu komponentləri ayrı-ayrı təyin etmək üçün əvvəldə göstərilədiyi kimi titrləmə aparırlar. Titrlemənin birinci hissəsi sərbəst aktiv xlorun miqdarını göstərir, titrləmənin ikinci hissəsi cəmi verir, dixloramin + azot üçxloridin miqdarının yarısını.

Sonra əlavə olunan reaktivlərin ardıcılığını dəyişərək, ikinci titrləmə aparırlar. Titrlemə kolbasına əvvəlcə 5 ml fosfat bufer məhlulu daxil edib, sonra 1 ml 0,5%-li KJ məhlulu, analiz olunan nümunəni və 5 ml indiqator məhlulunu əlavə edirlər. Mor duzu məhlulu ilə yalnız bir titrləmə aparırlar, bu titrləmə cəmi göstərir, yəni sərbəst aktiv xlor + azot üçxloridin birgə miqdarının yarısıdır.

**67.7.1.Hesabat.** Sərbəst aktiv xlorun (X), azot üçxloridin (y) və dixloraminin (z) miqdarını mq/ℓ aşağıdakı düsturla tapılır.

$$X = a \cdot V \cdot 0,1 \cdot 1000 / V$$

$$y = 2(a-b) \cdot V_2 \cdot 0,1 \cdot 1000 / V$$

$$z = (a+c-b) \cdot V_1 \cdot 0,1 \cdot 1000 / V$$

burada:

$a$  - birinci titrləmənin birinci hissəsində sərf olunmuş Mor duzu məhlulun həcmi, ml.

$b$  - ikinci titrləmədə sərf olunmuş Mor duzu məhlulunun həcmi, ml.

$c$  - birinci titrləmənin üçüncü hissəsində sərf olunan Mor duzu məhlulunun həcmi, ml.

## 68. Selen

Əlvan metallurgianın və əsas kimya sənayesinin bəzi çirka b sularında az miqdarda olan selenə təsadüf edilir. Bu sularda selen əsasən selenit-ionları  $\text{SeO}_3^{2-}$  şəklində olur. Selenin çirka b suların tərkibində yol verilə bilən həddi çox az olduğundan ( $0,01\text{mq}/\ell$ ) onun təyini zəruridir. Selenin təyini üçün O-fenilendiaminlə spektrofotometrik metod təklif olunur.

### 68.1. O-fenilendiaminlə spektrofotometrik metod (üsul).

#### *Metodun mahiyyəti*

Metod selenit turşusu ilə O-fenilendiaminlə reaksiyası nəticəsində benzoselendiazolun alınmasına əsaslanır.

Bu birləşmə  $\text{pH}=0-2,5$  alınır və benzol və ya toluola ekstraksiya olunur. Alınan məhlulun optiki sıxlığını  $\lambda=335\text{nm}$  ölçürlər,  $\epsilon=1,8 \cdot 10^4$ .

### 68.2. Mane olan maddələr

Maskalayıcı reagentlər əlavə etdikdə bu metod selektivdir. Al, As, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, P, Pb, Sb, Sn, Ti, V, Zn mane olurlar. Fosfat turşusu dəmir (III) və volframik mane təsirini kənarlaşdırır. EDTA vismutun təsirini kənarlaşdırır.

### 68.3. Reaktivlər

- qarışqa turşusu, 2,5n məhlul.
- EDTA, 0,1n məhlul.
- O-fenilendiamin, təzə hazırlanmış sulu 1%-li məhlul.
- selenit turşusu, standart məhlullar. Əsas məhlul. 1 ml tərkibində selenin miqdarı  $0,1\text{mq}$ -dır.  $50\text{mq}$  təmiz selenin (99,9%-li) üzərinə 10ml sıxlığı  $1,19\text{q}/\text{sm}^3$  olan xlorid turşusu və  $1,4\text{q}/\text{sm}^3$  sıxlığı 5-7 damcı nitrat turşusu əlavə edib tam həll olunana qədər su hamamında qızdırırlar. 20ml su əlavə edirlər, soyudurlar, 500ml həcmli kolbaya boşaldıb, 15 ml  $1,19\text{q}/\text{sm}^3$  sıxlıqlı xlorid turşusu əlavə edib, cizgiyə qədər distillə suyu tökürlər.

İşçi məhlul I. 25 ml əsas məhlulu 250ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər, 1,0-1,5ml  $1,19\text{q}/\text{sm}^3$  sıxlıqlı xlorid turşusu əlavə edib, cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar və qarışdırırlar. Alınan məhlulun 1 ml tərkibində selenin miqdarı  $1\text{mkq}$ -dir.

İşçi məhlul II. 5 ml əsas məhlulu 500ml həcmli ölçü kolbasına keçirib, 5 ml  $1,19\text{q/sm}^3$  sıxlıqlı xlorid turşusu əlavə edib, distillə suyu ilə həcmi cizgiyə qədər çatdırıb, qarışdırırlar. Alman məhlulun 1ml-in tərkibində selenin miqdarı 1mkq-dır.

#### **68.4. Təyinatın gedişi**

100ml həcmli konusvari kolbaya nümunənin elə həcmi yerləşdirirlər ki, tərkibində selenin miqdarı 0,5-dən 15mkq-a qədər olsun, lazım olduqda 30-35 ml qədər distillə suyu əlavə edirlər, 1ml qarışqa turşusu, 5ml qatı fosfat turşusu, 0,5ml görə damcı-damcı ammonyak məhlulunu əlavə etməklə  $\text{pH} \approx 1$  çatdırırlar.

3ml O-fenilendiamin məhlulu əlavə edib, 20 dəqiqə gözləyirlər. Sonra məhlulu 100-150ml həcmli ayırıcı qıfa keçirirlər, 5ml benzol və ya toluol əlavə edib, 2 dəqiqə silkələyirlər, qovurlar təbəqələşməyə, su təbəqəsini ayıraraq kənara tullayırlar. Üzvi həlledicinin təbəqəsini isə spektrofotometrik küvetinə boşaldıb,  $\lambda = 335\text{nm}$  yoxlayıcı məhlulun nisbətində onun optiki sıxlığını ölçürlər.

Təyinin nəticəsini dərəcəli qrafikinə görə tapırlar. Qrafiki qurmaq üçün 100ml həcmli konusvari kolbalara tərkiblərində 0,5-dən 8 mkq qədər selen olan selenit turşusunun II işçi standart məhulların porsiyalarını yerləşdirirlər, və ya tərkibində 10-dan 15 mkq-a qədər selen olan selenit turşusunun I işçi standart məhlulun porsiyalarını yerləşdirirlər və həcmi distillə suyu ilə 30-35ml çatdırırlar, sonra nümunənin analizindəki kimi davam edirlər.

### **69. Flüoridlər**

Çirkab və içməli sulara az miqdarda olan Flüoridlərin təyininin çox böyük əhəmiyyəti var.

Suda Flüoridlərin qatılığı  $1,2\text{mq/l}$ -dən çox olduqda, ondan istifadə edən uşaqlarda diş xəstəliyi əmələ gəlir, o biri tərəfdən isə içməli suda Flüoridlərin tam olmamasına yol verilmir, belə sudan istifadəsi dişlərdə kariozun əmələ gəlməsinə və inkişafına gətirir.

#### **69.1. Lantan və ya serium (III) və analiz-in-kompleksonla kompleks şəklində təyinin fotometrik metodu. Metodun mahiyyəti**

Alizarin-komplekson zəif turşulu mühitdə ( $\text{pH} \leq 5$ ) sarı rəngdə olur ( $\lambda = 423\text{nm}$ ). Lantan və serium (III) bu indikator 1:1 tərkibdə

kompleks birləşmə əmələ gətirir.  $\lambda = 500\text{nm}$  və udulmanın molyar əmsalı  $\epsilon_{500} = 4,7 \cdot 10^3$ . Flüorid ionları olduqda 1:1:1 tərkibli üçlü kompleks birləşməsi alınır və onun üçün  $\lambda_{\text{maks}} = 570\text{nm}$  və  $\epsilon = 6,8 \cdot 10^3$ . Lakin üçlü kompleksin optiki sıxlığını  $\lambda = 570\text{nm}$ ,  $\lambda = 610-620\text{nm}$  ölçülməsi tövsiyyə olunur. Bu dalğada ikili kompleksin rəngi məhlulun optiki sıxlığına praktiki təsir etmir. Lakin udulmanın bir az kiçik molyar əmsalı ilə ( $\epsilon = 5,5 \cdot 10^3$ ) bərişməq lazım olur.

### 69.2. Mane olan maddələr

Kationlardan ən çox mane olan alüminiumdur, o flüorid-ionları ilə  $\text{AlF}_2^+$  və  $\text{AlF}_2^+$  kompleksləri əmələ gətirir. Analiz olunan suda alüminiumun qatılığı flüorid ionların 1/3 qatılığına qədər olduqda, onun olması nəzərə alınmur Alüminiumun və flüorun qatılıqları bərabər olduqda, flüorid-ionların təyinin nəticəsi 20-30% azalır. Adı suların analizində bu qovulma tələb edilmir.

### 69.3. Reaktivlər

- alizarin kompleksion. 0,0005M məhlul. 1 litr həcmli ölçü kolbasına 0,1927 qram təmiz alizarin-komplekson yerləşdirib, 50-100ml distillə suyu əlavə edirlər və alizarin-kompleksini yaxşı həll etmək üçün bir neçə ml 0,1n natrium qələvisi əlavə edirlər. Reaktiv tam həll olduqdan sonra məhlulu təqribən 500 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, 0,25 qram natrium asetat əlavə edib, mayenin rəngi qırmızıdan sarıya keçənə qədər ( $\text{pH} \approx 5,0$ ) damcıdamcı 0,1n xlorid turşusu məhlulunu əlavə edirlər. Sonra distillə suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırıb, qarışdırırlar. Məhlulu tünd rəngli şüşə qabda saxlayırlar.

- lantan nitrat və ya serium nitrat. 0,0005M məhlul. Distillə suyunda 216,5mq  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  və ya 217,1 mq  $\text{Ce}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  həll edib 1 litrə qədər durulaşdırırlar.

- asetat bufer məhlulu,  $\text{pH} = 4,6$  olmalıdır. Distillə suyunda 105qram natrium asetatı həll edirlər, 100ml susuz sirkə turşusunu və ya bu tərkibə uyğun olan durulaşdırılmış sirkə turşusunun həcmi əlavə edib, 1 litrə qədər distillə suyu ilə durulaşdırıb, qarışdırırlar.

- natrium flüorid, standart məhlul. 221,0 mq natrium flüoridi distillə suyunda həll edib, 1 litrə qədər durulaşdırırlar və qarışdırırlar. Alınan məhlulun 100ml-ni 1 litr həcmli ölçü kolbasına keçirir-

lər və cizgiyə qədər durulaşdırıb, qarışdırırlar. Alınan məhlulun 1ml-nin tərkibində flüorid-ionların miqdarı 10mkq-dır.

#### 69.4. Təyinatın gedişi

50 ml həcmli ölçü kolbasına nümunənin ehtiva etdiyi həcmi yerləşdirirlər ki, (35ml çox olmayaraq) tərkibində flüorid-ionların miqdarı 5-dən 50mkq-a qədər olsun. 5ml alizorin-komplekson, 1ml asetat bufer məhlulu, 5ml lantan və ya serium nitrat məhlulunu əlavə edirlər (reaktivlərin daxil olunmasının ardıcılığı gözlənilməlidir), cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırıb diqqətlə qarışdırırlar və 1 saat qaranlıq yerdə saxlayırlar. Sonra boyanmış məhlulu layın qalınlığı 1sm olan küvetə boşaldırlar və optiki sıxlığı  $\lambda=610-620\text{nm}$ -də ölçürlər. Təyinin nəticəsini dərəcəli qrafikindən tapırlar. Bu qrafiki qurmaq üçün 50ml həcmli kolbalara 0,5; 1,0; 2,0; . . . ; 5,0ml həcmli natrium flüorid standart məhlulunu yerləşdirirlər (bu 5-dən 50 mkq flüorid-ionların miqdarına uyğundur), hər kolbaya təyinin gedişatında lazım olan reaktivləri əlavə edib, təyinin gedişatında göstərilən kimi alınan məhlulların optiki sıxlıqlarını ölçürlər. Əyrini  $F\text{-(mq/}\ell\text{)}$  qatılığı – optiki sıxlıq koordinatlarında qururlar.

#### 69.5. Hesabat

Flüorid-ionların miqdarını (X) mq/ℓ aşağıdakı düsturla tapılır.

$$X = a \cdot 50 / V$$

burada:

- $a$  - dərəcələmə qrafikinə görə tapılmış flüorid-ionların qatılığı, mq/ℓ.
- $V$  - analiz üçün götürülmüş nümunənin həcmi, ml.
- 50 - nümunənin durulaşmasından sonra alınan həcm, ml.

#### 69.6. Metodun mahiyyəti

Turş mühitdə sirkonium (IV) duzları alizarinsulfonatla narıncı rəngə boyanmış komplekslər əmələ gətirir. Flüorid-ionları  $\text{SrF}_6$  əmələ gətirir, bu zaman kompleks birləşmənin rəngi zəifləyir.

#### 69.7. Mane olan maddələr

Təyinə sərbəst xlor mane olur, hər 0,1mq sərbəst xlorla 0,05ml 0,5%-li natrium arsenat məhlulunu əlavə etməklə, onu reduksiya etmək olar. 1 mq/ℓ qatılıqda olan flüorid-ionların təyində, 1800

mq/l xlorid-ionları, 0,2 mq/l alüminium, 5 mq/l dəmir (III), 5 mq/l fosfat-ionları və ya 1 mq/l natrium heksametafosfat olduqda, 0,1 mq/l xəta əmələ gəlir. Sulfat-ionların miqdarı 400 mq/l olduqda eyni xətaya gətirir.

### 69.8.Reaktivlər

- Sirkonium reaktiv. 0,354qram sirkonium xloridi  $ZnOCl_2 \cdot 8H_2O$  600-800 ml distillə suyunda həll edirlər və tədriclə durmadan qarışdıraraq 33,3 ml qatı sulfat turşusu əlavə edirlər. Sonra 100 ml xlorid turşusu əlavə edib, qarışdırırlar. Otaq temperaturuna qədər soyuduqdan sonra həcmi distillə suyu ilə 1 litrə çatdırıb, qarışdırırlar. Hazırlanmasından 1 saat keçdikdən sonra məhluldan istifadə etmək olar. Məhlul tünd rəngli şüşə qabda saxlanılır.

- Alizarın qırmızı C. 0,75 qram alizorin qırmızı C-ni distillə suyunda həll edib, həcmi 1 litrə çatdırırlar.

- natrium flüorid, standart məhlul. Əsas məhlul. 105°C-də qurudulmuş 0,2210 qram susuz natrium flüoridi distillə suyunda həll edib, 1 litrə qədər durulaşdırırlar. Bu məhlulun 1 ml-in tərkibində  $F^-$  miqdarı 100 mkq-dır.

İşçi məhlul. 50 ml əsas məhlulu distillə suyu ilə 1 litrə qədər durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1ml-in tərkibində  $F^-$  miqdarı 5mkq-dır. Yalnız təzə hazırlanmış məhluldan istifadə olunmalıdır.

### 69.9.Təyinatın gedişi

Asılqan maddələr olduğu sudan süzüləndən sonra və tərkibində flüorid-ionları 0,25 mq-dan çox olmayan nümunədən 100 ml götürüb (nümunənin kiçik həcmi götürüldə, 100 ml qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar), 5 ml alizorin qırmızı C məhlulu və 5 ml sirkonium reaktivinin məhlulunu əlavə edirlər. Qarışdırırlar və 1 saatdan sonra mayenin layının qalınlığı 1 və ya 5mm olan küvetdə yoxlayıcı məhlulun nisbətində  $\lambda=520HM$  -də məhlulun optiki sıxlığını ölçürlər.

Təyinin nəticəsini dərəcəli qrafikindən tapırlar. Qrafiki qurmaq üçün natrium flüorid işçi standart məhlulun 1,0; 2,0; 5,0;... ;50 ml götürüb, hərəsini 100 ml qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar və nümunənin analizində olduğu kimi davam edirlər. Natrium flüordin miqdarı artdıqca, alınan məhlulların optiki sıxlığı azalır.

## 69.10. Silisium- heksaflüorid turşusu halında flüorun ilkin qovulması ilə fotometrik metod.

### 69.10.1. Cihazlar və reaktivlər

- silisium- heksaflüorid turşusunu qovmaq üçün cihaz. Qovmanı su buxarı ilə aparırlar. Qovmada adi yumrudibli və ya xüsusi hazırlanmış kolbadan istifadə etmək olar.

- tərkibində flüoridlər olmayan  $1,84\text{q/sm}^3$  sıxlıqlı sulfat turşusu. Satış sulfat turşusunu 1 saat sorucu şkafda qaynadırlar.

- Ferrosilisium, toz halında və ya təmiz kvars qumu. Kvars qumunu əvvəlcə  $1,84\text{q/sm}^3$  sıxlıqlı sulfat turşusu ilə qaynadırlar, diqqətlə yuyurlar və qurudurlar.

-gümüş sulfatın doymuş məhlulundan 1qram gümüş sulfatı 100 ml distillə suyunda həll edib, süzülər, alınan məhlulun 1 ml tərkibində gümüş nitratın miqdarı təqribən 7 mq-dır.

-0,1N natrium qələvi məhlulu.

Yoxlayıcı təcrübə. Cihazın distillə kolbasına 0,5qram toz halında ferrosilisium və ya kvars qumunu yerləşdirirlər, 25 ml distillə suyu və 25 ml sulfat turşusu əlavə edirlər, kolbanı cihaza birləşdirirlər və eyni zamanda buxar əmələ gətiricini işə salırlar (buxar-əmələgətiricidə olan distillə suyuna 20 ml 0,1N natrium hidroksid məhlulu əlavə edirlər). Qovmada kolba olan mayenin temperaturunu  $125\text{-}135^\circ\text{C}$  həddində saxlayırlar və distillatda flüoridlərin miqdarını təyin edirlər.

### Cihazın hermetikliyinin yoxlanılması.

Yoxlayıcı nümunənin aparılmasında istifadə olunan eyni reaktivləri eyni miqdarda yenidən distillə kolbasına daxil edirlər və bunlardan başqa, yenə 5 və ya 10 ml natrium flüoridin işçi standart məhlulunu əlavə edirlər. Yuxarıda göstərilən kimi qovmanı aparırlar və distillatda flüoridlərin miqdarını təyin edirlər. Alınan nəticə daxil edilmiş flüoridlərin miqdarından 10%-dən çox fərqlənməməlidir.

69.10.2. Təyinatın gedişi. Flüoridlərin miqdarından asılı olaraq distillə kolbasına 10-15 ml analiz olunan çirkab suyundan tökürlər. Lazım gəldikdə, suyu əvvəlcə buxarlandırırırlar, 0,5qram ferrosilisium (və ya təmizlənmiş kvars qumunu) 25 ml sulfat turşusu və xloridlərin çökdürülməsinə lazım olan qədər gümüş sulfatın doymuş

məhlulunu əlavə edirlər. Sonra kolbanı qaynar sulu buxar əmələgətiricisinə birləşdirərək, kolbadakı mayenin temperaturunu 125-135°C həddində saxlayaraq və buxarı keçirərək qovmanı aparırlar. Qovmanın üç porsiyasını yığırlar: birinci – 100ml və ikinci ilə üçüncü hər biri 50ml. Axırncı iki porsiyaları distillə suyu ilə 100 ml qədər durulaşdırırlar. Sonra qovulmuş mayenin hər porsiyasında flüoridlərin miqdarını təyin edirlər, tapılan miqdarları toplayıb yoxlayıcı nümunədə olan flüoridlərin miqdarını çıxırırlar.

### 70. Sianidlər, sinanatlar və rodanidlər (tiosianid)

Çirkab sularında sianidlərə zəif dissosiasiya olunmuş çox zəhərli sianid turşusu və çox zəhərli sianid-ionları şəklində təsadüf olunur.

Bu iki formanın qatılıqlarının nisbəti mühitin pH- 1 ilə təyin olunur.

Bunlardan başqa sularında müxtəlif metalların kompleks sianidləri olur:  $[Zn(CN)_4]^{2-}$ ;  $[Ni(CN)_4]^{2-}$ ;  $[Cu(CN)_4]^{3-}$ ;  $[Cu(CN)_3]^{2-}$ ;  $[Cu(CN)_2]$ ;  $[Fe(CN)_6]^{4-}$ ;  $[Fe(CN)_6]^{3-}$  və sairə.

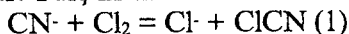
CN<sup>-</sup> ionların ayrılması ilə, kompleks sianid-ionları çox az miqdarda dissosiasiya olunur.

Heksasianoferratlar (II) və (III) özü zəhərli deyil, lakin turşu mühitində zəhərli olur. Heksasianoferratların yol verilən həddinə qəbul olunmuş norma (1,25mq/l). Burada nəzərə alınıb ki, toksiki olmasalarda, lakin gün şüalarının təsirindən onların parçalanması nəticəsində bir qədər sianid-ionları ayrılır.

Yuxarıda deyilənlərdən belə nəticəyə gəlmək olar ki, suyun analizində «zəhərli» və şərti «zəhərli olmayan» sianidləri ayrı-ayrı təyin etmək lazımdır. Bu iki qrupun fərqi onların xlorlaşmasında da özünü büruzə verir: «aktiv xlorun» təsirindən zəhərli sianidlər parçalanır, zəhərli olmayanlar parçalanmır, buna görə də birinci qrup, çox vaxt «xlorlaşmaya məruz qalan» və ikinci «xlorlaşmaya məruz qalmayan», adlanırlar.

Təbii sulara sianidlər yalnız onların sənaye sularla çirklənməsi nəticəsində daxil ola bilər.

Tərkibində sianidlər olan çirkab suların aktiv xlorla emal zamanı gedən reaksiyalar. Turş mühitdə

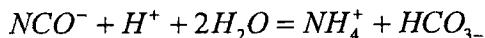




reaksiyası nəticəsində alınır xlorisian olduqca zəhərli, suda az həll olunan qaz halında maddədir. Qələvi mühitində reaksiya davam edir, xlorisian sianit-ionların alınması ilə hidrolizləşir.



Sionit ionları az zəhərli, onların yol verilən qatılığı 100 mq/l yüksəkdir və bundan başqa qələvilik azaldıqca sianatlar ammonium ionlarının alınması ilə parçalanır.



Xlorisianların əmələ gəlmə reaksiyasının (1) sürəti məhlulda olan sərbəst sianid-ionların qatılığından asılıdır, ona görə də kompleks sionid-ionları nə qədər davamlı olsa, o qədər də reaksiya sürəti azalır. Reaksiya (2) sürəti artıq qalan hipoxlorit-ionun qatılığından və məhlulun pH-dan asılıdır.  $\text{pH} < 7$  olduqda xlorisianın hidrolizi praktiki olaraq getmir, hipoxloritin artığı çox olduqda (70 mq/l və çox)  $\text{pH} = 9$  hidroliz tam gedir, lakin adətən  $\text{ClO}^-$  əlavə edərək xlorisianın tez və tam hidrolizinə yalnız  $\text{pH} \geq 11,5$  zəmanət vermək olar.

Mane olan təsirləri kənarlaşdırmaq üçün və mayenin kiçik həcmində sianid-ionların qarışdırılması üçün, aşağıda təsvir olunan üsullarda sianidləri sianid turşusu halında qovulması təklif olunur. Qovulmanın iki variantı ola bilər, qovucu kolbada bütün zəhərsiz sianidləri saxlayan və zəhərli sianidləri qovulan sianid turşusuna çevrilməsinə imkan yaradan reaktivlərin əlavə edilməsi ilə və bütün sianidlərin, davamlı sianid turşusuna çevrilməsinə imkan yaradan reaktivlərin əlavə edilməsi ilə.

Beləliklə birinci halda yalnız zəhərli sianidlər təyin olunur, ikinci də ümumi sianidlərin miqdarı (onların fərqiindən zəhərsiz sianidlərin miqdarını tapmaq olar).

Başqa bir yolda var, nümunənin bir hissəsinin ümumi sianidlərin (zəhərli və zəhərsiz) miqdarının təyindəki kimi şəraitdə, qovulmanın aparılması, nümunənin ikinci hissəsinin isə qələvi mühitində ilkin xlorlaşmadan sonra eyni şəraitdə qovulmanın aparılması. Bu zaman xlorlaşmaya məruz qalmayan, yəni zəhərsiz sianidlər təyin olunacaq. Alınan nəticələrin fərqi zəhərli sianidlərin miqdarını göstərir.

Bundan başqa, aşağıda heksasianoferrat (III) və heksasianoferratların (II) təyininin xüsusi metodları göstərilir.

Qovulmada sianid-ionların sonuncu təyində iki fotometrik üsul təklif olunur, piridin-benzidin və piridin-barbiturat-CN<sup>-</sup> kiçik qatılıqlarının təyində və argentometrik titrləmə üsulu CN<sup>-</sup>-nin nisbətən yüksək qatılıqlarının təyində.

### **70.1. Nümunənin qablaşdırılması.**

Sianidlərin müxtəlif kimyəvi reaksiyalarla asanca girməsinə nəzərə alaraq, çirkab suyunun götürülmüş nümunəsi mümkün qədər tez analiz olmalıdır. Əgər nümunəni dərhal analiz etmək mümkün deyilsə, onda onu qablaşdırırlar, bunun üçün ona  $\text{pH} \geq 12$  olana qədər bərk natrium qələvisi və ya onun qatı məhlulunu əlavə edirlər və ağzi kip bağlanan tünd rəngli şüşə qabda soyuq yerdə saxlayırlar.

### **70.2. Mane olan maddələr.**

Sianidlərin təyininə xlor və başqa oksidləşdiricilər mane olur. Askarbin turşusu bu maneləri kənarlaşdırır. Nümunənin tərkibində sulfidlər olduqda, nümunədən sianid turşusu qovulduqda onunla bərabər, bütün təyin üsullarında CN<sup>-</sup> təyininə mane olan, hidrogen sulfiddə qəbulediciyə daxil olacaq. Nümunədə sulfidlərin miqdarı çox olduqda əvvəlcə nümunəyə bir az kadmium duzu əlavə olunması tövsiyyə olunur. Əgər sulfidlər çöküntüyə tam keçməsələr (qurğuşun-asetat kağızında damcı nümunəsi), onda yenədə bir azca eyni duzdan əlavə edirlər, lakin kadmium duzunu əlavə olunmasına yol verilməməlidir.

Uçucu turşular distillatda natrium duzları əmələ gətirirlər, bu da təyinin titrometrik sonunda ekvivalent nöqtəsinin tapılmasını çətinləşdirir. Aldehidlər də mane olur, qovulma şəraitində onlar sianidləri nitritlərə çevirirlər.

Bəzi başqa üzvi maddələrdə mane olur. Bütün bu hallarda məsləhət görülür ki, sianidlərin təyini yuxarıda göstərilən metodla aparılsın.

Bəzi hallarda, mane olan təsirlər olmadıqda, əvvəlcədən qovmadan, bilavasitə nümunədə sianidləri təyin edirlər.

### **70.3. Zəhərli və zəhərsiz sianidlərin ümumi miqdarının təyini. HCN – nin qabaqcadan qovulması**

Qovmanı maqnezium duzların və çox miqdarda H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> iştirakı ilə aparırlar. Bu şəraitdə heksasianoferrat (II) və heksasianoferrat (III) ionları parçalanaraq qovulmaya keçən sianid turşusu əmələ

gətirirlər. Heksasianokobaltat-ionları da çətinliklə parçalanırlar, hərdən qovmanı bir neçə dəfə təkrar aparmaq lazım olur. Qovmanı əks soyuducu ilə təhiz olunmuş kolbadan, bütün sistemdən az miqdarda havanın keçməsinə yol verən, orta vakuumba aparırlar. Ayrılan hidrogenian qələvi məhlulu ilə udulur.

#### **70.4. Cihazlar və reaktivlər**

-Qovma cihazı. 500-1000 ml həcmli şifli qovucu Klayzen kolbasından, qıfı və kolbanın dibinə çatan kapilyarlı (daxili diametri 3mm) şifli boşluqdan, uzunluğu 200 mm olan şifli əks soyuducudan həcmi 100 ml olan iki uducu qabdan və vakuum – nasosla birləşən Bunzen kolbasından ibarətdir.

- Natrium qələvisi, məhlul. 50 qram a.ü.t. NaOH distillə suyunda həll edib həcmi 1 litrə çatdırırlar.

-maqnezium xlorid, məhlul. 50 qram a.ü.t.  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  100 ml distillə suyunda həll edirlər.

- sulfat turşusu, a.ü.t. qatı

#### **70.5. Qovulmanın gedişatı**

Uducu 2 qabın hərəsinə 50 ml natrium qələvisi məhlulunu tökürlər. Qovucu kolbaya bir neçə şüşə kürəcik yerləşdirirlər, tərkibində  $CN^-$  miqdarı 500 mq-dan çox olmayan nümunənin 250-500 ml həcmi əlavə edirlər, və ya kiçik həcmi əlavə edib, distillə suyu ilə kolbanın yarı həcminə qədər durulaşdırırlar. Qovmaq üçün cihazı yığırlar və sorulmanı elə nizamlayırlar ki, kolbadakı mayedən 1 saniyədə 1-2 hava qabarcığı keçsin. Sonra qıf vasitəsi ilə qovucu kolbaya 20 ml maqnezium xlorid məhlulu daxil edirlər. Qıfı az miqdarda distillə suyu ilə yuyurlar. Təqribən 3 dəqiqədən sonra qıf vasitəsi ilə sulfat turşusu (qovulan qarışığın hər 100 ml-nə 5 ml  $H_2SO_4$ ) daxil edib, yenədə ehtiyatla qıfı distillə suyu ilə yuyurlar. Mayeni qarışdırıb, qovucu kolbanı qızdıraraq içindəkini qaynar hava gətirdikdən sonra, 1 saat qaynadırlar. Vaxtaşırı havanın keçmə sürətini yoxlayırlar. 1 saatdan sonra qızmanı saxlayırlar, lakin yenə 15 dəqiqə havanın keçirməsini davam edirlər. Uducu qabları ayırırlar, gətirici boruları distillə suyu ilə yuyurlar və uducu qabların içindəkiləri miqdarca 250 ml həcmli ölçü kolbasına keçirib, həcmi distillə suyu ilə cizgiyə çatdırırlar. (Çətin parçalanan sianid kompleksləri, məsələn, kobaltın sianit kompleksi, olduqda, uducu qabların hərəsinə yenədə 50 ml natrium qələvi məhlulunu əlavə

edib, qovmanı yenədə 1 saat davam edirlər. Bəzi hallarda kobalt sianid kompleksin tam parçalanması 24 saatdan sonra olur.)

Nümunənin 1 litrində sianidlərin miqdarı 0,1 mq-dan az olduqda, onu 250 ml-ə qədər durulaşdırılmasına ehtiyac yoxdur. Bu halda iki uducu qabın mayələrinin birləşməsindən alınan məhlulda sianidləri təyin edirlər.

Analiz olunan nümunədə rodanidlərin miqdarı çox olduqda, HCNS-nin bir hissəsi qovulmaya keçir. Onda qovucu kolbaya qəbuledicinin ikisindən də mayeni qovucu kolbaya yerləşdirib, qovmanı təkrarlayırlar.

Qəbuledicilərə NaOH məhlulun təzə porsiyalarını tökürlər və qıf vasitəsi ilə qovucu kolbaya neytrallaşma üçün lazım olan HCl miqdarını və pH=5,2÷5,6 olan bufer məhlulunu əlavə edirlər.

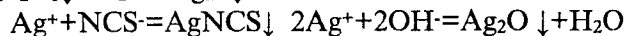
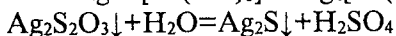
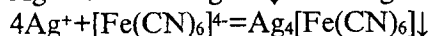
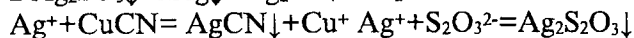
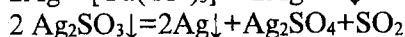
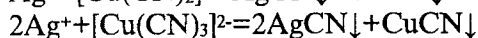
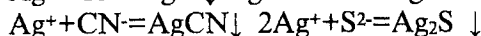
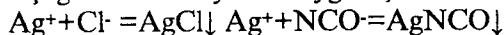
Təyini aşağıda göstərilən metodların biri ilə qurtarırlar.

### **70.6. Üzvi maddələrlə çox çirklənmiş suyun analizində sianidlərin çökdürülməsi və HCN-in əvvəlcədən qovulması.**

Hidrogen sianidlə reaksiyaya giren və qovulmaya keçərkən fotometrik təyine mane olan üzvi maddələrlə çox çirklənmiş su üçün aşağıdakı ilkin emal təklif olunur.

Həmişə bir qədər qələvi reaksiyalı analiz olunan suya (əks halda tərkibindən sianid turşusu tez uca bilər) az miqdarda natrium xlorid və sonra gümüş nitrat əlavə edirlər.

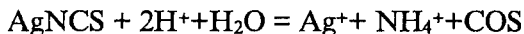
Aşağıdakı reaksiyalara uyğun çöküntü əmələ gəlir.



Heksasianoferratlardan başqa digər kompleks sianidlər  $[\text{Cu}(\text{CN})_2]$  analoji reaksiyaya girirlər Gümüş sulfid və gümüş tiosulfatı, mayeni qaynama temperaturuna çatdıranda parçalanırlar. Belə durulaşdırılmış məhlullardan gümüş ionları ksantogenatları və ditifosfatları çökdürmür.

Tərkibində AgCl, AgCN, Ag<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], AgNCS, AgNCO, Ag<sub>2</sub>S, Ag<sub>2</sub>O (Ag, reduksiya edici olduqda) çöküntünü süzülər və su ilə yuyulur, sonra asetonla və birdə su ilə yuyurlar. Sonra filtiri çöküntü ilə birlikdə qovucu kolbaya yerləşdirirlər. Suyu sulfat turşusu əlavə edib, alınan məhlulu qaynadırlar və distillatı içində qələvi olan qəbulediciyə yığırlar.

Distillatda sianid turşusunu təyin edirlər. Belə emalda çöküntünün tərkibində olan bir sıra gümüş duzları parçalanır. AgCl parçalanmasından alınan hidrogen xlorid qəbuledicidə qələvi ilə udu-laraq, sianidlərin təyininə mane olmayan xlorid əmələ gətirir, AgNCS parçalanması nəticəsində karbon kükürdoksidi alınır.



Karbon kükürdoksidi qələvinin durulaşmış məhlulu ilə udulmur və qəbul edicidən keçir. AgNCO parçalanması karbon dioksidin və ammonium duzun alınması ilə nəticələnir.



Gümüş sulfid, çox az həll olunmasına görə, hətta nisbətən qatı (1:2) sulfat turşusunun təsirindən parçalanır.

### 70.7. Reaktivlər

- natrium xlorid, təqribən 0,1N məhlul.
- gümüş nitrat, təqribən 0,1N məhlul.
- Sulfat turşusu, sıxlığı 1,84 q/sm<sup>3</sup>

### 70.8. Emalın gedişatı

Analiz olunan çirkab suyunu filtrlə süzülər 200ml və ya çox filtratdan (CN- ehtimal edilən miqdarından asılı olaraq) götürüb, ona 5 ml natrium xlorid məhlulu və 20 ml gümüş nitrat məhlulu əlavə edirlər. Analiz olunan suyun tərkibində xloridlərin miqdarı kifayət qədər olduqda, natrium xlorid məhlulu əlavə etmirlər, gümüş nitratı isə bütün anionların tam çökməsinə qədər əlavə edirlər.

Məhlulu qaynayana qədər qızdırırlar və sonra otaq temperaturuna qədər soyudub süzülər. Çöküntünü bir neçə damcı gümüş nitrat əlavə olunmuş distillə suyu ilə yuyurlar. Analiz olunan suyun tərkibində üzvi maddələrin miqdarı çox olduqda, filtirin üzərindəki çöküntünü bir neçə damcı gümüş nitrat məhlulu əlavə olunmuş distillə suyu ilə yuyurlar. Yuyulmuş çöküntü ilə filtiri qovucu kolbaya yerləşdirirlər, 200 ml su və 5 ml sulfat turşusu əlavə edirlər və sonra əvvəldə göstəriləyi kimi davam etdirilir.

### **70.9. Piridinin və benzidinin istifadəsi ilə fotometrik metod. Metodun mahiyyəti.**

Analiz olunan məhlulə bromlu su əlavə etdikdə sianidlər bromsiana çevrilir. Sonra bromun artığını kənarlaşdırıb məhlulə piridin və benzidinlə reaksiyası nəticəsində piridin halqasının qırılmasına və intensiv qırmızı rəngli aldehidin törəməsinin alınmasına gətirir və alınan məhlulun optiki sıxlığını spektrofotometr və ya fotokalorimetrdə onun miqdarını ölçürlər. Metod həssasdır-udulmanın mol-yar əmsali  $\epsilon=6,9 \cdot 10^4$ .

Eyni cür bromlu suyun təsirindən rodanidlər də bromsiana çevrilirlər. Lakin əvvəlcədən hidrogen sianidin qovulması aparılsa, tiosianat turşusu distilata (qovulmaya) keçmir.

### **70.10. Reaktivlər**

- bromlu su. Distillə suyunu bromla doldururlar.
- piridinli reaktiv. 60ml təmiz piridini (qaynama temperaturu  $114^{\circ}\text{C}$ ) 40 ml su və 10 ml qatı xlorid turşusu ilə qarışdırırlar.
- hidroxloridli qidrazin, (2:98) durulaşdırılmış xlorid turşusunda 5%-li məhlul.

- Standart məhlul. Əsas məhlulu. 0,2qram KOH və 0,25 qram kalium sianidi 100 ml distillə suyunda həll edirlər (kalium sianid çox güclü zəhərdir, ehtiyatla işləmək lazımdır). **Məhlulə toxunmaqdan və buxarlarını udmaqdan özünüzü gözləyin!**

Bu məhlulun 1ml-də CN-nin miqdarı 1 mq-a yaxın olmalıdır. Məhlulun dəqiq titrini gümüş nitratın standart məhlulu ilə titirləməklə təyin edirlər. Onun qatılığı tədricən düşdüyünə görə, hər həftə titri yoxlayırlar.

**İşçi məhlul.** Əsas standart məhlulun titrini təyin etdikdən sonra, onu 0,25N natrium hidroksid məhlulu ilə durulaşdırırlar ki, 1ml tərkibində CN-nin miqdarı 10mkq olsun. İstifadə olunan gündə onu yenədə 0,25N natrium hidroksid məhlulu ilə 10 dəfə durulaşdırırlar. Bütün bu məhlullar kip tıxaclı şüşə qabda saxlanılmalıdır.

### **70.11. Təyinatın gedişi**

10 ml həcmli və kip tıxaclı dərəcələnməmiş yastı dibli sınaq şüşəsinə 2 ml əvvəlcədən neytrallaşmış qovulmadan daxil edirlər.

Neytrallaşdırmaq üçün 0,1N HCl məhlulu əlavə edirlər. 0,1N HCl lazım olan həcmi qovulmanın başqa bir 2 ml -də metiloranja

görə titrləmə ilə təyin edirlər. Bu 2ml CN<sup>-</sup> miqdarını 0,05-dən 5mkq qədər olmalıdır. CN<sup>-</sup>-nin miqdarı çox olduqda qovulmanı durulaşdırırlar və ya təyini titrometrik metodu ilə yekunlaşdırırlar. 0,2ml bromlu su əlavə edib, qarışdırırlar. Bromun artığını kənarlaşdırmaq üçün, bromun rəngi itənə qədər və bir damcı da 0,5%-li hidrazin duzu məhlulunu damcı-damcı əlavə edirlər. Adətən bu məhlulun 0,25-0,35ml sərf olunur. Sınaq şüşəsinin içindəkini yaxşı qarışdırırlar və başqa sınaq şüşəsindən 2 ml piridin reaktivdə 0,6ml benzidin hidroxlorid məhlulun qarışığını əlavə edirlər. Bir sınaq şüşəsindən o birisinə keçirməklə mayeni yenidən qarışdırırlar və 15-20 dəqiqədən sonra  $\lambda=520\text{HM}$  və mayenin layının qalınlığı 1 sm olan küvetdə onun optiki sıxlığını ölçürlər. Eyni zamanda 2 ml distillə suyu və bütün reaktivlərlə yoxlayıcı təcrübəni aparırlar.

Təyinin nəticəsini dərəcəli qrafikindən tapırlar. Qrafiki qurmaq üçün tərkibində CN<sup>-</sup> miqdarı 0,05-dən 2mkq qədər olan kalium sianid işçi standart məhlulun porsiyalarını götürürlər, hər porsiyanı 2 ml-ə qədər durulaşdırırlar və nümunənin analizindəki kimi davam edirlər. Əgər sianidli çirkab suların natrium xloridlə və ya xlorlu əhənglə təmizləmə prosesi düzgün aparılmasa, onda analizin nəticəsi də səhv ola bilər. Bu emalı qələvi mühitində  $\text{pH}>11\div 11,5$  aparmaq lazımdır. pH aşağı olduqda, xüsusən  $\text{pH}<8$  olduqda çirkab suda xlorşian əmələ gəlir, bu da analizin gedişatında bromşian kimi reaksiya verir, yəni boyanmış birləşməyə çevrilir, nəticədə də sianid-ionların miqdarını artırır.

#### **70.12. Piridin və barbitur turşusunun istifadəsi ilə fotometrik metod. Metodun mahiyyəti**

Bu metod bundan əvvəlki metodla oxşardır lakin, benzidinin əvəzinə barbitur turşusundan istifadə olunur, bromu isə sianid-ionları xlorşian əmələ gətirən xloramin T ilə əvəz edirlər. Bu metod piridin-benzidin metodundan təqribən 2 dəfə həssasdır. Piridin-benzidin metodunda mane olan maddələr, bu təyində də mane olurlar.

#### **70.13. Reaktivlər**

- xloraminin T (n-toluolsulfoxloramid tritidratın natrium duzu), 1%-li məhlul.

- qarışıq reaktiv. 50ml həcmli ölçü kolbasına 3 qram barbitur turşusu a.ü.t. yerləşdirib, az miqdarda su əlavə edirlər. Sonra 15 ml təmiz piridin (qaynama temperaturu 114-115°C) əlavə edib və qarışdırırlar.

şığı o vaxta qədər çalxalayrlar ki, barbitur turşusu tam həll olsun, sonra 3 ml qatı xlorid turşusu əlavə edib, cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar və qarışdırırlar. Reaktiv rəngsiz olmalıdır.

#### **70.14. Təyinatın gedişi.**

5ml qovmadan və ya tərkibində 0,025-dən 1,25mkq-a qədər olan əvvəlki nümunədən (məhlulun pH 2-dən 10-na qədər olan) kiptıxaclı sınaq şüşəsinə yerləşdirirlər, 0,2ml xloramin T məhlulu əlavə edib tıxacla bağlayırlar, qarışdırırlar və 1 dəqiqə saxlayırlar. Sonra aramsız qarışdıraraq 0,6 ml qarışıq reaktivi əlavə edirlər, tıxacla bağlayıb 8 dəqiqə saxlayırlar. Alınan al-qırmızı məhlulun optiki sıxlığını, 5 ml distillə suyu ilə aparılmış yoxlayıcı təcrübə məhlulunun nisbətində,  $\lambda=578\text{HM}$ -də mayenin layı 1 sm olan küvetdə ölçürlər.

Təyinin nəticəsini dərəcəli qrafikindən tapırlar. Qrafiki bundan əvvəlki metoduna analoji olaraq qururlar. Udulmanın molyar əmsalı  $12,4 \cdot 10^4$  bərabərdir. Xlorsian olduqda – analizin gedişatına görə əvvəlki metoddan istifadə olunur.

#### **70.15. Argentometrik metod. Metodun mahiyyəti**

Sianidlərin gümüş-ionları ilə reaksiyası nəticəsində  $[\text{Ag}(\text{CN}_2)]^-$  kompleks anionu alınır.

Bütün siani-ionların kompleks birləşmələrə çevirdikdən sonra, gümüş ionların qatılığını n-dimetilaminobenzilidenrodaninlə təyin edirlər və bu reaksiya nəticəsində qırmızı çöküntü alınır. Təsvir edilmiş metod 1 litrin tərkibində 2-dən 40 mq-a qədər sianid-ionları olan, 250ml nümunədən alınmış distillat üçün, 0,01N gümüş nitrat məhlulunun istifadəsi ilə tətbiq olunur, sianid-ionların qatılıqları 10-dan 200 mq/l -ə qədər olduqda -0,05N məhluldan istifadə olunur.

#### **70.16. Reaktivlər**

- natrium qələvisi, təqribən 1N məhlul. 40 qram NaOH a.ü.t. distillə suyunda həll edib, 1 litrə qədər durulaşdırırlar.

- n-dimetilaminobenzilidenrodanin asetonunda 0,03%-li məhlulu. Məhlulu tünd rəngli şüşə qabda soyuq yerdə saxlayırlar. Məhlulun saxlanılma müddəti 2 həftədir.



- gümüş nitrat, 0,05 və 0,01N məhlulları. Folqrad və ya Mor üsulundan istifadə edərək, bu məhlulların titrini 0,01N natrium xlorid məhlulu ilə təyin edirlər.

-Natrium xlorid, 0,01N məhlul 105° C –də qurudulmuş 0,5844 qram natrium xloridi a.ü.t. distillə suyunda həll edib 1 litrə qədər durulaşdırırlar.

**70.17.Təyinatın gedişi.** Qovulmadan alınmış distillatı titrləmə kolbasına keçirib, distillə suyu ilə həcmi 150-200ml-ə qədər durulaşdırırlar. Titirlənən məhlulun pH= 11- dən az olmamalıdır, əks halda onu natrium hidrokسيد məhlulu ilə qələviləşdirirlər.0,5ml n-dimetilaminobenzilidenrodanın məhlulu əlavə edirlər və 0,01N və ya 0,05N gümüş nitrat məhlulu ilə sarı rəng narıncı-qırmızı rəngə keçənə qədər titrləyirlər,eyni zamanda distillə suyu ilə yoxlama təyini aparırlar.

**70.18.Hesablama.** Sianid-ionlarının miqdarını (X) mq/ℓ aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X = (a-b) \cdot K \cdot N \cdot V \cdot 52,04 \cdot 1000 / V_1$$

burada:

- a* - qovulmanın tam həcmnin və ya hissəsinin titirləməsinə sərf olunan gümüş nitratın həcmi, ml.
- b* - yoxlayıcı təcrübə titirləməyə sərf olunan gümüş nitratın həcmi, ml.
- K* - gümüş nitrat məhlulunu dəqiq normallığa gətirən əmsal.
- N* - gümüş nitrat məhlulunun normallığı.
- V* - titirləmək üçün götürülmüş qovulmanın porsiyası,ml.
- V<sub>1</sub>* - qovulmanın ümumi həcmi, ml.
- 52,04 - sianid-ionların ekvivalenti.

**70.19.«Toksiki» («zəhərli»), (aktivxlorla oksidləşən) sianidlərin təyini. Metodun mahiyyəti.**

Zəhərli və zəhərsiz sianidləri (aktiv xlorla oksidləşən və oksidləşməyən) ayrılıqda təyin etmək üçün aşağıda göstərilən üsulların birindən istifadə olunması tövsiyə olunur.

1. Analiz olunan nümunədən iki porsiya götürürlər, birində sianidlərin ümumi miqdarını təyin edirlər, o biri porsiyanı isə zəhərli sianidlərin oksidləşdirilməsi məqsədi ilə hipoxlorid məhlulu ilə emal edib, sonra eyni üsulla sianidlərin təyini aparırlar. Bu üsulla

«aktiv xlorla» oksidləşməyən sianidlərin miqdarını tapırlar. İki təyinin fərqi zəhərli sianidlərin miqdarını göstərəcək.

2. Sianidlərin qovulmasını elə şəraitdə aparmaq lazımdır ki, HCN yalnız zəhərli sianiddən qovulsun. Sianidlərin ümumi miqdarını bilərək, onların fərqindən zəhərsiz sianidlərin miqdarını tapırlar.

3. Xüsusi metodlarla heksasianoferratlari (II) və (III) təyin edirlər. Təyinin nəticəsini CN<sup>-</sup> hesablayıb, onu sianidlərin ümumi miqdarından çıxırlar. Fərq zəhərli sianidlərin miqdarını göstərir. Bu üsuldan nümunənin tərkibində kobaltsianidlər olmadıqda, istifadə olunur.

## 71. «Aktiv xlorla» emalın aparılması

### 71.1.Reaktivlər

- kalsium hipoxlorid. 5qram Ca(ClO)<sub>2</sub> 100 ml distillə suyunda həll edirlər. Məhlulu qaranlıq yerdə tünd rəngli şüşə qabda saxlayırlar. Saxlama müddəti 1 aydır.

- KJ nişastalı kağız

### 71.2.Təyinatın gedişi

A)Nümunədən iki eyni həcmli porsiya götürürlər və onlardan birini aşağıda göstərilən kimi emal edirlər. Mayeni qarışdıraraq damcı-damcı Ca(ClO)<sub>2</sub> məhlulunu əlavə edirlər və NaOH məhlulunu əlavə edərək onun pH= 11-12 həddində saxlayırlar.

Bu zaman KJ nişastalı kağıza damcı yerləşdirərək, «aktiv xlorun» olmasını yoxlayırlar. Aydın göy rəngin alınması «aktiv xlorun» kifayət qədər artıq olmasını (təqribən 50-100 mq/litr «aktiv xlor») göstərir. Hərdən qarışdıraraq bu məhlulu 1 saat ərzində saxlayırlar. Lazım gəldikdə az miqdarda hipoxlorid məhlulu əlavə edirlər. Sonra hipoxloratin artığını reduksiya etmək üçün məhlulun hər 1 litrinə təqribən 1 qram askorbin turşusu əlavə edirlər. KJ nişastalı kağıza görə yoxlayırlar- rəngi dəyişməməlidir. Reduksiyaediciyin artıqlığına əmin olmaq üçün əlavə olaraq məhlulun 1 litrinə 0,05 qram askorbin turşusu daxil edirlər.

B)Hər iki porsiyadan (Ca(ClO)<sub>2</sub> emal olunmuş və olunmamış) HCN-nin qovulmasını aparırlar. Ümumi sianidlərin təyininin nəticəsiindən zəhərsiz sianidlərin təyininin nəticəsini çıxırlar.

### **71.3. Bukşteq metodu**

#### **71.4. Cihazlar və reaktivlər**

- HCN-ın qovulması üçün cihaz
- xlorid turşusu, 0,1n məhlul
- kalium bixromatla sink asetat. 500 ml distillə suyunda 50 qram sink asetat  $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$  və 2,5 kalium bixromatı həll edirlər.
- natrium qələvisi, 0,1n məhlul
- metiloranj, 0,1%-li məhlul

#### **71.5. Təyinatın gedişi.**

Ayrı kolbada 100ml nümunəyə 2 damcı metiloranj məhlulunu əlavə edərək, mayenin rəngi sarıdan qırmızıya keçənə qədər 0,1n xlorid turşusu məhlulu ilə titrləyirlər. Titrleməyə sərf olunan xlorid turşusunun həcmi qeyd edirlər. Sonra nümunədən 250 ml götürürlər, tərkibində bütün sianid-ionların sianogrup və heksasiano-ferratlar daxil olmaqla ümumi miqdarı 25mq-dan çox olmamalıdır (əks halda nümunənin az həcmi götürərək 250ml qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar), keçirirlər qovucu kolbaya və 10 ml kalium bixromat və sinkasetat məhlulu əlavə edirlər. Bu zaman sink hid-roksid çöküntüsü alına bilər, ona fikir vermək lazım deyil. Nümunəyə neytrallaşmasına lazım olan həcmdə 0,1n xlorid turşusu əlavə edirlər (100ml nümunənin titrlənməsində alınan nəticəyə əsaslanaraq), qarışdırırlar və turşunun artığını əlavə edirlər.

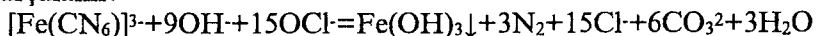
Kolbanı qovma cihazın soyuducusuna birləşdirirlər. Qəbulədicilərin hərəsinə 10 ml 0,1n natrium qələvi məhlulu tökürlər. Qovulmanın əvvəlində sink hidrokسيد turşusunun artığında həll olunmalıdır, lakin heksasiano-ferratların miqdarı yüksək olduqda, ağ ya da qonur çöküntü (sinkin heksasiano-ferratları) qala bilər, kolbadakı məhlulun pH =5,2-5,5 həddində olmalıdır. Bəzən sink heksasiano-ferrat çöküntüsü yalnız sonrakı qızdırmada əmələ gəlir. Birinci uducuda udan məhlulun kifayət qədər olmasına diqqət yetirmək lazımdır. Qovucu kolbaya turşunu əlavə etdikdən təqribən 5 dəqiqə sonra qovmanı başlayırlar. Qovma prosesində bütün sistemdən havanı ehtəsizlə üfürürlər ki, kolbadakı mayedən 1 saniyədə 1-2 hava qabarcığı keçsin. 30-40 dəqiqə ərzində 85 ml qədər maye qovulur. Sonra qızdırmanı saxlayırlar. Lakin, bir qədər vaxt sistemdən havanı üfürürlər. Sonra uducu qabları ayıraraq, içindəkiləri miqdarca 100ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər, ötürücü borularında distillə

suyu ilə həcmi cizgiyə çatdırırlar və təyini yuxarıda göstərilən metodlara görə aparılır.

## 72. Heksasianoferratlar (II) və (III)

### 72.1. $[Fe(CN_6)]^{4-}$ və $[Fe(CN_6)]^{3-}$ ümumi miqdarının təyini. Metodun mahiyyəti

Qələvi reaksiyalı şəffaf mayədə dəmir (çox nadir halları çıxmaqla) yalnız sianoferrat kompleksləri şəklində olur. Süzülmüş çirkab suyun nümunəsini qaynadaraq, natrium hipoxlorit məhlulu ilə emal edirlər. Kalium bromid katalizatoru iştirak etdikdə heksasianoferrat (III) oksidləşir və sonra axırncıları aşağıdakı tənliyə görə parçalanır.



Dəmir(III) hidrosid çöküntüsünü süzür, yuyurlar, xlorid turşusunda həll edirlər və alınan məhlulda dəmiri fotokalorimetrik metodu ilə təyin edirlər.

### 72.2. Reaktivlər

-xlorid turşusu, 2n məhlul

- kalium bromid, 1% məhlul

-natrium hipoxlorid, 15%-li məhlul. Bu qatılıqlı məhlul hazır vəziyyətdə satışda olur. Onu laboratoriyada da hazırlamaq olar. Bunun üçün tərkibində 35-36% «aktiv xlor» olan 50 qram xlorlu əhəngi 85 ml su ilə 15 dəqiqə qarışdırırlar və qarışdırmanı saxlamayaraq, 85ml suda həll olunmuş 35 qram natrium karbonatı  $Na_2CO_3$  əlavə edirlər. Kütlə əvvəl qatılışır, sonra durulaşır:



№2 məsaməli şüşə lövhəcikdən vakuum altında süzərək mayeni çöküntüdən ayırırlar.

Alınan məhlulun qatılığını yodometrik üsulla təyin edirlər və alınan nəticəyə uyğun analizin gedişatında nümunəyə əlavə olunan reaktivin həcmi dəyişirlər. Dəmiri təyin etmək üçün lazım olan reaktivlər yuxarıda göstərilib.

### 72.3. Analizin gedişatı.

100 ml həcmli konusvari kolbaya 20 ml analiz olunan çirkab suyunu daxil edirlər, 2 ml 1%-li kalium bromid və 1,5 ml 15%-li

NaClO məhlulunu (reaktivin qatılığı aşağı olduqda, uyğun olan yüksək həcm götürürlər) əlavə edirlər.

Kolbanı qıfla örtüb, məhlulu 30 dəqiqə qaynadırlar. Sonra qarışığı dərhal filtr kağızlı qıfıdan süzülür və çöküntünü qaynar su ilə yuyurlar. Qıfın altına 100-200 ml həcmli kolbanı qoyurlar, filtr kağızında dəşik açarlar və ondan qızdırılmış 2n xlorid turşusunun 5ml-ni keçirirlər. Fe 3,795 əmsalına vuraraq  $Fe(CN)_6$  tapırlar.

#### 72.4. $[Fe(CN_6)]^{4-}$ və $[Fe(CN_6)]^{3-}$ əlahiddə təyini.

##### *Metodun mahiyyəti*

Oksidləşdiricilər olduqda məhlulda adətən- $[Fe(CN_6)]^{3-}$  miqdarını yodometrik üsulu ilə təyin etmək olar və alınan nəticəni ümumi təyinin nəticəsindən çıxaraq  $[Fe(CN_6)]^{4-}$  miqdarını təyin etmək olar.

#### 72.5. Reaktivlər.

- natrium tiosulfat, 0,01n məhlul
- xlorid turşusu, 4n məhlul
- kalium yodid, 1n məhlul
- sink sulfat, 25%-li məhlul
- nişasta məhlulu.

#### 72.6. Təyinatın gedişi.

25 ml analiz olunan nümunəyə 5 ml 4n xlorid turşusu, 10 ml 1n kalium yodid məhlulu və yarım dəqiqədən sonra 10 ml 25%-li sink sulfat məhlulu əlavə edirlər və 0,01n natrium tiosulfat məhlulu ilə titrləyirlər. Titrlemənin axırına yaxın nişasta məhlulu əlavə edirlər və yod-nişasta rəngi itənə qədər titrləməni davam edirlər. Titrlemənin sonunda məhlul rəngsiz və sink heksasianoferrat (II) alınan çöküntüsündən, bulanıq olmalıdır.

0,01n tiosulfat məhlulün 1ml 2,12mq  $[Fe(CN_6)]^{3-}$  uyğundur.

### 73. Xlorsian

Tərkibində sianidlər olan çirkab suyu «aktiv xlorla» emal prosesini lazımi şərait olmadan, pH aşağı qiymətində apardıqda, alınan xlorsian, hidroliz olunmayaraq, uzun müddət qala bilər. Adi temperaturda xlorsian zəhərli qaz halında olan maddə olduğuna görə,

istehsalatın atmosferinə keçərək, təmizləmə qurğusunu xidmət edən fəhlələrin ciddi zəhərlənməsinə gətirə bilər.

Prosesin düzgün aparılmasında pH qiymətinin 11,5-dən sabit olunması tələb olunur. Mayədə xlorasianın alınması dərhal yerində aşağıdakı sınaqla tapmaq olar. Rezin tıxacla təhciz olunmuş və tıxac qədər həcmi şüşə qabın yarısına qədər pH-6,2-6,5 olan bufer məhlulu tökürlər, nümunədə güman edilən «aktiv xlorun» qalığını reduksiya etmək üçün, kifayət qədər olan, askorbin turşusu məhlulunun həcmi əlavə edirlər, 5 ml barbiturat reaktivi daxil edib, analiz olunan nümunəni yuxarıya qədər əlavə edirlər, tıxacla bağlayırlar və qabı çevirərək qarışdırırlar. Xloramin T əlavə olunmadığından, nümunədə olan sian alınan rəngin səbəbkarıdır. Arzu olunduqda, tədqiqatı fotometrik ölçmə ilə qurutmaq olar.

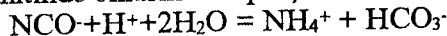
#### 74. Sianatlar

Çirkab sularını sianidlərdən xlorlu əhənglə və başqa oksidləşdiricilərlə oksidləşdirdikdə sianatlar alınır. Bu maddələr qələvi mühitində kifayət qədər dayanıqlıdır, bu səbəbdən də onlar çirkab sularla dəyişmədən su hovuzuna keçir. Geniş hovuzda tökülərək çirkab su çox durulaşır, onun pH=7 və ondan aşağı düşür və onda ammoniyak ionların və hidrokarbonat-ionların əmələ gəlməsi ilə sianatlar tədricən dağılır.

##### 74.1. HCO<sup>-</sup>-nin NH<sub>4</sub><sup>+</sup> çevrilmə metodu

###### *Metodun mahiyyəti*

Sianatların təyini üçün təklif olunan metoda əsaslanır bir tərəfdən onların yüksək qələvili mühitdə onların dayanıqlığına və bu mühitdə sianatları dağılmadan ammoniyakın qovulmasına, başqa tərəfdən turşu mühitində onların tam parçalanmasına səbəb olur:



Alınan ammonium ionlarını sonrakı qələviləşmə ilə ammoniyak çevirirlər və axırını qovurlar və qovulmada onun miqdarını təklif olunan fotometrik metodların biri ilə və ya asidimetrik titirləmə ilə təyin edirlər.

Nümunənin tərkibində ağır metalların ammoniyak kompleksləri ola bilər, ammoniyakı qovmazdan əvvəl natrium sulfid əlavə edərək onları parçalayırlar.

## 74.2. Mane olan maddələr

Nümunədə «aktiv xlorun» qalığı çox olduqda və ya başqa güclü oksidləşdiricilər olduqda, təyinin gedişatında sianatların karbon dioksid və azota qədər oksidləşməsi gedə bilər. Bu halda qovmadan əvvəl nümunəyə askorbin turşusu əlavə etmək lazımdır. Nümunəni turşulaşdırdıqda bəzi azot tərkibli üzvi birləşmələr hidroliz olunaraq ammonium ionlarını əmələ gətirirlər. Təyinin gedişatında göstərilən şərtlərə (turşulaşdırdıqda və qızdırdıqda) riayət etdikdə bu xətalara minimuma çatdırırlar.

## 74.3. Kiçik qatılıqların təyinin fotometrik metodu

### 74.4. Reaktivlər

- tərkibində ammonyak olmayan, distillə suyu
- natrium sulfid, 4%-li məhlul
- natrium qələvisi və kalium qələvisi, 25%-li məhlul
- sulfat turşusu, durulaşdırılmış (1:4)
- xlorid turşusu, 0,1N məhlul
- ammonium duzunun standart məhlulu. Əsas məhlul. 0,787 qram ammonium sulfatı tərkibində ammonyak olmayan distillə suyunda həll edib, 1 litrə qədər durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1 ml 0,215 mq  $\text{NH}_4^+$  0,50 mq  $\text{NCO}^-$  uyğundur.

İşçi məhlul. Əsas standart məhlulu ammonyaksız distillə suyu ilə 10 dəfə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1ml 0,0215 mq  $\text{NH}_4$  və ya 0,05 mq  $\text{NCO}^-$  uyğundur.

### 74.5. Təyinatın gedişi

Təyini havada ammonyak olmayan şəraitdə aparırlar. Analiz olunan çirkab suyun həcmi elə götürürlər ki, tərkibində 0,02-0,5mq sianit-ionlar olsun, 250 ml həcmli stəkana yerləşdirirlər, lazım olduqda 100 ml-ə qədər ammonyaksız su ilə durulaşdırırlar. 5 ml qələvi məhlulu və 10 ml natrium sulfid məhlulu əlavə edib, 0,5 saat qaynadırlar.

Nümunədə ammonium duzları yüksək miqdarda olduqda (5mq/l çox), kolbanın divarlarını ammonyaksız su ilə yuyaraq və həcmi 100 ml-ə çatdıraraq, qaynamanı 1-2 dəfə təkrarlayırlar. Qaynama zamanı həcmi 75 ml-dən az düşməsinə yol verilməməlidir.

Sonra stəkanın içindəkini soyudurlar, fenofthalenə görə sulfat turşusu ilə neytrallaşdırırlar və yenə bu turşudan 5 ml artıq əlavə edirlər 0,5 saat qaynadırlar. Həcmi 75 ml-dən az düşməsinə yol vermirlər. Stəkanın içindəkini qovucu kolbaya keçirirlər 20 ml qələvi məhlulu əlavə edirlər və kolbanı qəbulediciyə tökülmüş xlorid turşusuna (20ml) ucu salınan soyuducuya birləşdirirlər 50-60ml distillat qovurlar. Sonra distillatı 100 ml həcmli ölçü kolbasına keçirib, cizgiyə qədər durulaşdıraraq, qarışdırırlar. Alınan məhlulun müəyyən hissəsini (10-25 ml) götürüb ammoniyakı yuxarıda göstərilən fotometrik metodların biri ilə təyin edirlər. Sianit-ionların ammoniyakı çevrilməsi miqdarca olduğundan, dərəcəli qrafikini ammonium duzun standart məhluluna görə qururlar.

#### **74.6. Yüksək qatılıqların təyinin titrometrik metodu**

İlkin emalı əvvəlki bölmədə təsvir olunan kimi aparırlar, lakin distillatı 50 ml borat turşusu məhluluna yığırlar və sonra ammoniyakı miqdarını yuxarıda göstəriləni kimi aparırlar.

#### **2.74.7. Hesabat**

NCO<sup>-</sup> ionların miqdarını (X) mq/ℓ aşağıdakı düsturla tapırlar.

$$X = a \cdot K \cdot 0,84 \cdot 1000 / V$$

burada:

- a* - qovulmanın titrlənməsinə sərf olunan 0,02n sulfat turşusunun həcmi, ml
- K* - sulfat turşusu məhlulunun qatılıqlarını dəqiq 0,02n gətirmək üçün, düzəliş əmsali.
- 0,84* - 1ml dəqiq 0,02n sulfat turşusuna sianit-ionların ekvivalent miqdarı, mq.
- V* - analiz olunan çirkab suyun həcmi.

### **75. Rodanidlər**

Sənaye çirkab sularında rodanidlər də sianidlər kimi tez-tez təsadüf olunur. Zənginləşdirmə fabriklərin çirkab sularında rodanidin təyininə mane olan fotoreagentlərin olmasında nəzərə almaq lazımdır. Çünki bu maddələrin tərkibində kükürd var və onların parçalanmasından rodanidlər əmələ gələ bilər. Çirkab suyun tərkibində sulfidlər, polisulfidlər və hidrogen sulfid olduqda, sianidlərin



iştirakı tədricən onları rodanidlərə çevirir. Bu hallarda rodanidlərin təyininə nümunə götürülən gündə aparırlar.

### **75.1. Dəmir (III) rodanid şəklində NCS- fotometrik metodu ilə təyini**

**Metodun mahiyyəti.** Nümunənin sink xloridin qatı məhlulu ilə emal etdikdə sianid-ionları və heksasianoferrat-ionları həll olunmayan sink duzlarını əmələ gətirirlər. Çöküntünü süzməklə ayırırlar. Filtrata dəmir (III) duzunu əlavə etdikdə qırmızı rəngli dəmir (III) rodanid alınır.

### **75.2. Mane olan maddələr**

Sink xloridlə çökdürülmə nəticəsində sulfid və tiosulfat-ionlarını, ksantogenatları, üzvi turşuların əksəriyyətini, həmçinin kolloid hissəciklərini də ayırırlar. Sink rodanid suda çox yaxşı həll olur və miqdarca filtrata keçir.

### **75.3. Reaktivlər**

- sink xlorid, doymuş məhlul.
- xlorid turşusu, sıxlığı 1,125 q/sm<sup>3</sup>. Sıxlığı 1,199 q/sm<sup>3</sup> olan HCl-un 430 ml 250 ml distillə suyu ilə qarışdırırlar.
- dəmir (III) xlorid. 20 qram FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O 100 ml distillə suyunda həll edirlər.
- kalium rodanidin standart məhlulu. Əsas məhlul 1,673 qram kalium rodanidi distillə suyunda həll edib, həcmi 1 litrə çatdırırlar. Alınan məhlulun 1 ml tərkibində NCS- miqdarı 1,00 mq-dır.

İşci məhlul. 5 ml əsas standart məhlulu 100 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1 ml-də NCS- nin miqdarı 50 mkq-dır.

### **75.4. Təyinatın gedişi**

200 ml həcmli ölçü kolbasına 100 ml analiz olunan nümunədən yerləşdirirlər, 10 ml sink xlorid məhlulunu əlavə edirlər, cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar və qarışdırırlar. Bir neçə müddət saxladıqdan sonra quru filtdən süzülür. Pipet vasitəsi ilə tərkibində 50-dən 500 mkq qədər NCS- olan porsiyani götürürlər 50 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, 1 ml xlorid turşusu, 1 ml dəmir (III) xlorid məhlulu əlavə edirlər, qarışdırırlar və yoxlayıcı

təcrübənin məhlulu nisbətində  $\lambda=480\text{nm}$  onun optiki sıxlığını ölçürlər.

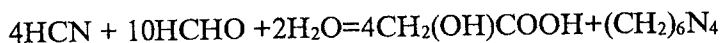
Təyinin nəticəsini dərəcəli cədvələ əsasən tapırlar. Kalibr qrafikini qurmaq üçün işçi standart məhlulundan tərkiblərində 50-dən 500 mkq rodanid-ionları olan porsiyaları götürürlər, hər porsiyanı 50 ml həcmə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, hərəsinə 1 ml HCl və 1 ml FeCl<sub>3</sub> əlavə edib, optiki sıxlıqlarını ölçürlər.

### **75.5. Piridin-barbiturat və ya piridin-benzidin metodları ilə fotometrik təyini**

**Metodun mahiyyəti.** Tərkibində rodanidlər olan məhlula bromlu su və ya xloramin T əlavə etdikdə, onlar bromsiana çevrilirlər. Bu səbəbdən də rodanidləri sianidlərin təyində istifadə olunan metodlarla təyin edirlər.

### **75.6. Mane olan maddələr**

Təyinə sianidlər mane olur, onlar rodanidlər kimi istifadə olunan reagentlərlə reaksiyaya girir, sianidləri formaldehidlə parçalanması təklif olunur.



Nəticədə qlükol turşusu və urotropik alınır. Sianidləri parçalamaq üçün tərkibində 0,05-dən 3mq/l rodanid-ionları olan 2 ml nümunəni kip tıxaclı dərəcələnməmiş sınaq şüşəsinə yerləşdirirlər, 2 damcı 1%-li formaldehid məhlulu əlavə edib, tıxacla bağlayırlar və 5 dəqiqə saxlayırlar. Sonra damcı-damcı bromun artıqlığına qədər (zəif sarı rəng alınana qədər), bromlu su əlavə edirlər və 5-10 dəqiqə saxlayırlar ki, formaldehidin artığı oksidləşsin. Bromun artığını aşağıda «Təyinin gedişatında» təsvir olunan kimi kənarlaşdırırlar.

Sulfidlərin və üzvi maddələrin xüsusən aminlərin yüksək miqdarda olduqda təyinə mane olurlar.

### **75.7. Reaktivlər**

-kalium rodanidin standart məhlulu. Əsas məhlulu 1,673 qram kalium rodanidi 1 litr qaynadılmış distillə suyunda həll edirlər. Alınan məhlulun 1 ml-nin tərkibində NCS- miqdarı 1 mq-dır.

İşçi məhlul. Ölçü kolbasında 1 ml əsas məhlulu 1 litrə qədər durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1 ml-də NCS-nin miqdarı 1 mkq-dır. Bu məhlul istifadə olunan zaman hazırlanmalıdır.

-dəmir xlorid,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 0,1%-li məhlul.

- metiloranj, 0,1%-li məhlul.

Başqa reaktivlər əvvəlki bölmədə olduğu kimidir.

### 75.8. Təyinin gedişi

Kip tıxaclı yastı dibli sınaq şüşəsinə 2 ml analiz olunan çirkab suyu yerləşdirirlər, lazım gəldikdə, əvvəlcədən elə durulaşdırırlar ki, NCS- miqdarı bu həcmdə 5 mkq artıq olmamalıdır. Məhlulu xlorid turşusu ilə hesabla turşulaşdırırlar ki, neytrallaşmadan sonra onun artığı 0,05-0,06 ml olsun. Lazım olan turşunun miqdarını, ayrı nümunəni metiloranjin iştirakı ilə xlorid turşusu ilə titrlənməsindən tapırlar. Sonra sınaq şüşəsinə su ilə doldurulmuş stəkana yerləşdirirlər və qaynayana qədər qızdırırlar və sınaq şüşəsinə 30 dəqiqə qaynayan su hamamında saxlayırlar. Sonra sınaq şüşəsinə soyudurlar, buxarlanan suyu əvəz etmək üçün, həcmi distillə suyu ilə 2 ml-ə çatdırırlar və sianidlərin fotometrik metodunun təyində istifadə olunan reaktivləri əlavə edirlər.

Təyini metodun barbiturat variantı ilə apardıqda xloramin T verməzdən əvvəl analiz olunan məhlula 2 ml dəmir (III) xlorid məhlulunu əlavə edirlər.

### 75.9. Hesabat

Rodanid-ionların miqdarını (X) mq/l, aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$X=2C/V$$

burada:

*C* - dərəcələmə qrafikinə görə tapılmış rodanidlərin qatılığı, mq/l.

*2* - analiz gedişatında nümunənin həcmnin çatdırılmaması, ml.

*V* - analiz üçün götürülmüş nümunənin həcmi, ml.

## 76. Buxarla birgə çıxan aminlər

### 76.1. Fotometrik metod. Metodun mahiyyəti.

Təklif olunan metod su buxarı ilə qovulan müxtəlif sinifli aminlərin (alifatik və aromatik, ilkin, ikili və üçlü) ümumi təyininə istifadə olunur.

Metilamin və bəzi əvəz edilmiş aminlər (dibenzilalanin, difenilamin) və təbii ki, buxarla qovulmayan aminlər (benzidin, diaminlər) təyin olunmur.

Bu metod, aminlərin sulfoftaleinlərlə (bromkrezol qırmızı, fenol qırmızı və s.) reaksiyaları nəticəsində xloroformla ekstraksiya olunan, sarı rəngli məhsulların alınmasına əsaslanır. Analiz üçün götürülmüş nümunədə aminli azotun miqdarı 3-4 mq analizin həssaslığıdır.

### 76.2. Mane olan maddələr

Aminlərdən başqa, piperidin, xinolin, piridin və onların törəmələri, habelə bəzi alkaloidlər də sulfoftaleinlərlə reaksiyaya girərək boyanmış məhsullar əmələ gətirirlər. Analiz olunan suyun tərkibində hansısa bir uçucu amin olduğda dərəcəli qrafikini bu aminə görə qururlar, əks halda qrafiki dietilaminə görə qururlar.

### 76.3. Reaktivlər

-bromkrezol qırmızı, 0,1%-li spirtli məhlul

- natrium qələvisi

-xloroform, a.ü.t.

-xlorid turşusu, a.ü.t., 1n məhlul.

- sulfat turşusu, a.ü.t., 0,1n məhlul.

- dietilamin hidroxloridin standart məhlulu. Əsas məhlul 15,59 qram dietilamin hidroxloridi və ya 10,44 qram dietilamini (əsaslı) suda həll edirlər (əsaslı dietilamini həll etdikdə 12 ml qatı xlorid turşusu əlavə edirlər) və distillə suyu ilə 1 litrə qədər durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1 litrində aminli azotun miqdarı 2 qramdır.

İşçi məhlul. Əsas standart məhlulun 5 ml-ni distillə suyu ilə 1 litrə qədər durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1 litrdə aminli azotun miqdarı 10mq-dır.

-sitrathlı bufer məhlulu, pH=3,5, 500 ml həcmli ölçü kolbasına 10,5070 qram limon turşusu yerləşdirirlər, 100 ml 1N natrium

qələvisi əlavə edib, cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 234 ml başqa bir 500 ml həcmli kolbaya yerləşdirirlər, həcmi cizgiyə qədər 0,1 xlorid turşusu ilə çatdırırlar və qarışdırırlar.

#### **76.4. Dərəcəli qrafik**

Mikrobüret vasitəsi ilə 0; 0,2; 0,4; ...; 2ml işçi standart məhlulunu götürüb sentrifuqa sınaq şüşələrində 2 ml qədər durulaşdırırlar. Sonra bromkrezol qırmızısının məhlulunu, xloroformu əlavə edir analizdə olunan kimi davam edirlər. Optiki sıxlıqların ölçülərinin nəticəsi əsasında aminliazot (mkq)- optiki sıxlıq koordinatlarında qrafiki qururlar.

#### **76.5. Təyinatın gedişi**

500 ml həcmli qovucu kolbaya 75 qram natrium qələvisi yerləşdirib, qıf vasitəsi ilə analiz olunan suyun ehtəcmini əlavə edirlər ki, tərkibindəki azota hesablanmış aminlərin miqdarı 4-dən 40 mkq-a qədər olsun. Sonra həmin qıfın vasitəsi ilə kolbanın təqribən yarısına qədər distillə suyunu əlavə edirlər. Cihazın qəbuledicisinə 15 ml 1n xlorid turşusu tökürlər. Soyuducu borusunun ucu xlorid turşusunda olmalıdır. Qəbulediciyə təqribən 150 ml distillat qovurlar.

Sonra qovmanı kasaya boşaldırlar, 0,5 ml 0,1n sulfat turşusu əlavə edirlər və quruyana qədər su hamamında qızdırırlar, lakin qalığı həddindən artıq qurutmurlar. Qalığı 4 ml bufer məhlulunda həll edib alınan məhluldan pipet vasitəsi ilə 2 ml götürüb, tıxacla təhiz olunmuş, sentrifuqa sınaq şüşəsinə daxil edirlər, 0,5 ml bromkrezol qırmızı məhlulunu, 4 ml xloroform əlavə edirlər, 2 dəqiqə çalxalayırlar, sonra 10-15 dəqiqə sentrifuqlaşdırırlar və xloroform təbəqəsini ayırmaq üçün kiçik ayırıcı qıfa keçirirlər. Təbəqələri ayırdıqdan sonra xloroform təbəqəsinin rəngi 30-40 dəqiqə dəyişmir. 3,5 ml xloroform təbəqəsindən (20 dəqiqədən gec olmayaraq) tıxacla təhiz olunmuş dərəcələnməmiş sınaq şüşəsinə keçirirlər, 0,5 ml xloroform əlavə edirlər, qarışdırırlar və fotokalorimetrin və ya spektrometrin qatın qalınlığı 1 sm olan qapaqla bağlanan küvetinə keçirirlər, optiki sıxlığı xloroforma görə ölçürlər və dərəcəli qrafikə görə aminlərin azotunu tapırlar.

## 76.6. Hesablama

Aminliazotun miqdarını (X) mq/ℓ aşağıdakı düsturla təyin edirlər.

$$X = a \cdot 2 / V$$

Burada:

- a* - dərəcəli qrafikinə görə tapılmış aminli azotun miqdarı, mq.
- 2* - analiz gedişatında quruduqdan sonra quru qalığın məhlulundan yarısının götürülməsini göstərən əmsal.
- V* - analiz üçün götürülmüş nümunənin həcmi, ml.

## 77. Aromatik karbohidrogenlər

Aromatik karbohidrogenlərə (benzola, toluola, stirola və s.) istehsalat proseslərinin bir çoxunun (neftin pirogenetik parçalanmasında, krekinq-prosesdə, bəzi plastik kütlələrin və sintetik kauçuk istehsalatlarında və s.) çirkab sularında təsadüf olunur.

### 77.1. Fotometrik metod

Kiçik qatılıqların təyində aşağıda təsvir olunan fotometrik metod çox asan və rahat yerinə yetirilir. O, aromatik karbohidrogenlərin formaldehid və sulfat turşusunun qarışığı ilə reaksiyası nəticəsində qonur rəngli məhsulun alınmasına əsaslanır.

### 77.2. Mane olan maddələr

İstifadə olunan reaktivlərlə rənglənmiş məhsullar əmələ gətirən uçucu fenollar (fenol, krezol) təyinə mane olurlar. Analiz olunan suyun tərkibində uçucu fenollar olduqda, aromatik karbohidrogenləri qələvili məhluldan əvvəlcədən qovurlar və onları distillatda təyin edirlər. Uçucu olmayan fenollardan-hidroksinon aromatik karbohidrogenlərin təyində mane olmur, pirokatexinin isə reaksiya məhsulu çox zəif boyanmış olduğundan, əksər hallarda onu nəzərə almırlar.

### 77.3. Reaktivlər

- formaldehidlə sulfat turşusunun qarışığı. 1 ml 37%-li formaldehid məhlulunu 100 ml k.t. 1,84q/sm<sup>3</sup> sıxlıqlı sulfat turşusu ilə qarışdırırlar.

- karbon dördxlorid k.t. Texniki preparatdan da istifadə etmək olar, lakin onu əvvəlcədən k.t. sulfat turşusu ilə o vaxta qədər yuyurlar ki, yuxarıda göstərilən reaktivlə qarışdırdıqda məhlul rənglənməsin.

- təyin olunan karbohidrogenin (benzol, toluol, stiroil və s.) spirtdə standart məhlulu. Bu məhlulun 1 ml-də karbohidrogenin miqdarı 0,1 mq olmalıdır. Onu təzə qovulmuş karbohidrogendən hazırlayırlar. Polimerləşmənin qarşısını almaq üçün, qovulduqdan sonra stirola azca hidroxinonun əlavə olunması tövsiyə olunur.

#### **77.4. Təyinatın gedişi**

Analiz olunan suyun elə həcmi götürürlər ki, tərkibində aromatik karbohidrogenlərin miqdarı 0,025-0,8 mq-a qədər olsun, keçirirlər ayırıcı qıfa, analiz olunan çirkab suyun hər 100 ml 25 ml karbon tetraxlorid əlavə edib, qarışdırırlar və qarışığı təbəqələşməyə qovurlar. Başqa kiçik ayırıcı qıfa 5 ml formaldehidlə sulfat turşusunun qarışığını tökürlər və birinci ayırıcı qıfandan çox ehtiyatla aşağı təbəqəni boşaldırlar, 1 dəqiqə yaxşıca qarışdırırlar, təbəqələşmə üçün 5 dəqiqə saxlayırlar və boyanmış turşu təbəqəsini şüşə süzgec lövhəcikli qıfandan keçirirlər və filtratı Bunxen kolbasına taxılmış sınaq şüşəsinə yığırlar. Süzməni sovurma ilə aparırlar. Eyni zamanda bütün reaktivlərlə yoxlama təcrübəni aparırlar, bu məqsədlə distillə suyunun həcmi analiz üçün götürülmüş çirkab suyun nümunəsinin, həcmi qədər götürürlər. Süzəndən sonra dərhal rənglənməmiş məhlulun optiki sıxlığını dalğa uzunluğu  $\lambda=413\text{nm}$  yoxlayıcı məhlulun nisbətində qatın qalınlığı 1 sm olan küvetlərdə ölçürlər. Təyinin nəticəsini dərəcəli qrafikindən tapırlar. Qrafiki qurmaq üçün aromatik karbohidrogenin standart məhlulundan 0,25 ml-ə 8 ml qədər porsiyalar götürürlər, hər porsiyanı distillə suyu ilə 100 ml qədər durulaşdırırlar və sonra nümunənin analizi kimi davam edirlər. Çirkab suyun tərkibində uçucu fenollar olduqda, analizə götürülmüş nümunə porsiyasının neytrallaşdırması üçün hər 100ml-nə 5 ml 60%-li kalium qələvisi əlavə edirlər, karbohidrogenləri qovurlar və yuxarıda göstərilən kimi onları distillatda təyin edirlər. Bəzi çirkab suları karbon tetraxloridlə qarışdıqdan sonra pis təbəqələşir. Bu halda əvvəlcədən qələvi məhlulundan karbohidrogenlərin qovulması tövsiyə olunur.

## 78. Etilenqlikolun fotometrik metodu ilə təyini

Kimya sənayesinin bəzi müəssisələrində çirkab suların tərkibində adətən yüksək qatılıqda olan etilenqlikolu  $\text{CH}_2\text{OH}-\text{CH}_2\text{OH}$  təsadüf olunur.

### 78.1. Metodun mahiyyəti

Təklif olunan metod etilenqlikolu natrium periodatla formaldehidə qədər oksidləşməsinə və axıncını fenolhidrozinslə və heksasianoferatla (III) təyininə əsaslanır.

### 78.2. Mane olan maddələr

Formaldehidə qədər oksidləşən və ya parçalanan bütün maddələr, məsələn metil spirti, metilakrilat və s., təyinə mane olurlar.

### 78.3. Reaktivlər

Natrium periodat  $\text{NaJO}_4$ , 6,6%-li məhlul.  $\text{NaJO}_4$  duzu  $\text{Na}_3\text{H}_2\text{JO}_6$  duzu ilə əvəz oluna bilər. Qələvi mühitində natrium yodidi bromla oksidləşdirərək laboratoriyada bu duzu almaq olur.



Mexaniki qarışdırıcı ilə təhciz olan 2 litr həcmli stəkanda 25 qram  $\text{NaJ}$  və 132 qram  $\text{NaOH}$  1 litr suda həll edirlər. Məhlulu  $80^\circ\text{C}$ -yə qədər qızdırırlar və ucu mayedə olan damcılayıcı qıfndan yavaş-yavaş 40 ml brom əlavə edirlər, Bromu 2 ml/dəqiqə sürətlə əlavə edirlər. Reaksiya qarışığının temperaturu dəqiq  $80^\circ\text{C}$  səviyyəsində saxlanılmalıdır.

25-40 dəqiqədən sonra birdən xeyli miqdarda kristal duzun çöküntüsü düşür. Məhlulun qızdırılması güclü təkənlərlə müşahidə olduqda, mayeni çöküntüdən ayıraraq başqa stəkana keçirirlər və qalan bromu əlavə edirlər. Düşən  $\text{Na}_3\text{H}_2\text{JO}_6$  kristillər Büxner qıfında sorulur və distillə suyunun 20-25 ml həcmində dörd porsiyası ilə yuyurlar.

Qıfdakı kristalların üzərinə suyun porsiyasını töküüb, 15 dəqiqə gözləyirlər və sonra sovururlar. Yuyulmuş kristalları havada qurudurlar. Bu duz suda az həll olunur, lazım olan qatılıqlı məhlulu almaq üçün, kiçik porsiyalarla 10%-li sulfat turşusu əlavə edirlər.



- kalium nitrat, doymuş məhlul.
- etilenqlikolun standart məhlulu. 4 qram etilenqlikolu suda həll edib, həcmi 1 litrə çatdırırlar, alınan məhlulun 1 ml-nin tərkibində etilenqlikolun miqdarı 4 mq-dır.
- fenilhidrozin hidroxlorid, 7,5%-li məhlul
- izopropil spirti, a.ü.t.
- kalium heksasianoferrat (III)  $K_3[Fe(CN)_6]$ , 5%-li məhlul.
- natrium qələvisi, 10%-li məhlul.
- aktivləşdirilmiş kömür BAU. Satışda olan preparatı sokslet cihazına yerləşdirirlər və bir neçə dəfə etil spirtin efirlə (2:1 həcmə görə) qarışığı ilə ekstraksiya edirlər. Sonra emal olunan həcm qalana qədər kömürlü əvvəl havada sonra isə spirt-efir qarışığının iyi itənə qədər 90-100°C-də quruducu dolabda qurudurlar.
- etil spirtin və efirin qarışığı 2:1 həcm nisbətində
- dərəcələmə qrafiki. Dərəcələmə qrafikini qurmaq üçün etilenqlikolun standart məhlulundan 0,5; 2; 3 və 4 ml götürüb, distillə suyu ilə 5 ml-ə qədər durulaşdırırlar və sonra təyinin gedişatında olduğu kimi davam edirlər.

#### 78.4. Təyinatın gedişi

Etilenqlikolun miqdarı 0,4-3,2 q/l olduqda, analiz olunan çirkab suyun 5 ml-ni (etilenqlikolun miqdarı 2-16 mq) sınaq şüşəsinə yerləşdirib 5 ml  $Na_3H_2JO_6$  məhlulu əlavə edirlər. Otaq temperaturunda (20°C) 1 saat hərəkətsiz saxlayırlar.  $NaJO_4$ -dən istifadə etdikdə yalnız 2,5 ml bu duzun məhlulunu əlavə edirlər və emal vaxtını 20 dəqiqəyə qədər qısaltırlar. Sonra 0,5 ml doymuş kalium nitrat məhlulu əlavə edirlər. Durulaşdıqdan sonra alınan formaldehidi təyin etmək üçün 0,5 ml götürürlər. Götürülən porsiyanı sınaq şüşəsinə keçirib 0,5 ml izopropil sperti, 0,5 ml fenilhidrozin məhlulu əlavə edirlər, qarışdırırlar və 10 dəqiqə hərəkətsiz hazırlayırlar. Sonra 0,3 ml kalium heksasianoferrat (III) məhlulu əlavə edirlər və 5 dəqiqədən sonra 2 ml natrium hədroksid məhlulunu əlavə edirlər. 4 dəqiqədən sonra 20 sm<sup>3</sup> qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar və 10 dəqiqədən sonra yoxlama təcrübənin nisbətində qatın qalınlığı 2 sm olan küvetdə  $\lambda=570\text{nm}$  dalğa uzunluğunda onun optiki sıxlığını ölçürlər. Yoxlayıcı təcrübədə analiz olunan su əvəzinə 5 ml distillə suyu götürürlər və onu analizin bütün

mərhələlərindən keçirirlər. Etilenqlikolun miqdarı 10-400 mq/ℓ. Qaynayan su hamamında 100 ml analiz olunan məhlulu 5sm<sup>3</sup> həcm qalana qədər buxarlandırırlar və sonra yuxarıda göstərilən kimi davam etdirirlər. Buxarlanma vaxtı etilenqlikolun 15-20% -i itir. Düzəlişi aşağıdakı üsullarla daxil etmək olar.

1. Verilən dərəcəli qrafikdən istifadə edərək, təyinin nəticəsinə 17,5% (orta xəta) əlavə etməklə.

2. Xüsusi dərəcəli qrafiki qurmaqla 0,25; 0,5; 1;...;5 ml etilenqlikolun standart məhlulların 100 ml qədər distillə suyu ilə durulaşdırdıqdan sonra, hərəsini 5 ml qədər buxarlandırırlar və sonra «analizin gedişatında» olan kimi davam edirlər.

## 79. Piylər və yağlar

Bitki və heyvan mənşəli piylərə və yağlara (həmçinin yüksək molekullu yağlı turşuların duzlarına-sabunlara) qida sənayesinin və məişət xidməti müəssisələrin və başqaların çirkab sularında təsadüf olunur.

### Ayrı-ayrı təyini.

#### **79.1. Metodun mahiyyəti**

Petroley efiri ilə çox dəfəli ekstraksiya ilə çirkab sularında bu ekstragentdə həll olunan bütün maddələr çıxarılır, bitki və heyvan mənşəli piylər və yağlar, başqa lipidlər, həmçinin neft məhsulları (əsasən mineral yağlar). Ekstraksiyanı pH>2 apardıqda, yağlı turşuların duzları (sabunlar) su məhlulunda qalır. Ekstraktı iki hissəyə bölürlər. Birindən həlledicini buxarlanma ilə kənarlaşdırırlar və qalığı çəkərək bütün piylərin və qovma temperaturunda uçucu olmayan neft məhsullarının ümumi miqdarını tapırlar. Ekstraktın o biri hissəsini alüminium oksiddən (ya başqa uyğun olan sorbentdən) keçirirlər və neft məhsullarının miqdarını qravimetrik metodla təyin edirlər. Bu təyinlərin nəticələrin fərqi görə piylərin və petroley efiri ilə çıxarılan başqa lipidlərin ümumi miqdarını tapırlar.

Petroley efiri ilə ekstraksiyadan sonra qalan sulu məhlula pH=1 olana qədər sulfat turşusu əlavə edirlər və eyni həlledici ilə təkrar ekstraksiyanı aparırlar. Belə nümunədə sabun şəklində olan yağlı turşuların miqdarını təyin edirlər, yəni onların natrium, kalium və başqa duzlarını.

### 79.2. Təyinatın gedişi

Analiz olunan məhlulda  $pH > 2$  olmalıdır. Ekstraksiyadan əvvəl məhlula 2-3 qram NaCl daxil edirlər. Ekstraksiyadan sonra təbəqələşmə pis getdikdə, əlavə olunan NaCl-un miqdarını çoxaldırlar. Ekstragent kimi petroley efirindən istifadə olunur. Bütün istifadə olunan şüşə qabların divarlarını (ayırıcı qif, nümunə saxlanan qab) 20-25 ml porsiyalarla bir neçə dəfə yumaqla ekstraksiyanı aparırlar. Ekstraktı közərdilmiş natrium sulfatla qurudurlar, 100-150 ml həcmli ölçü kolbasına keçirib, nişana qədər petroley efiri ilə durruşdırırlar.

Ekstraktın müəyyən porsiyasını çəkilmiş büksə keçirirlər və qızdıraraq ehtiyatla petroley efirini kənarlaşdırırlar və sonra 100-105°C -də qızdırıb, büksü yenidən çəkirlər. Petroley efiri ilə nümunənin müəyyən həcmindən ekstraksiya olunan bütün maddələrin miqdarını belə tapırlar.

### 79.3. Hesablama

Ekstraksiya olunan maddələri ( $X_1$ ) mq/l aşağıdakı düsturla tapırlar.

$$X = (m_1 - m_2) \cdot V_2 \cdot 1000 / V_1 \cdot V$$

burada:

- $m_1$  - ekstragen kənarlaşdıqdan sonra, qalıqla birgə büksin kütləsi, mq.
- $m_2$  - boş büksin kütləsi, mq.
- $V$  - analiz üçün götürülmüş nümunənin həcmi, ml.
- $V_1$  - götürülmüş ekstraktın müəyyən porsiyasının həcmi, ml.
- $V_2$  - ekstraktla olan ölçü kolbasının həcmi, ml.

Ekstraktın o biri müəyyən porsiyasını sorbentli kalonkadan keçirirlər və qravimetrik üsulla neft məhsulların miqdarını ( $X_2$ ) miqdarını yuxarıdakı düsturla analogi olaraq tapırlar.  $X_1 - X_2$  fərq bitki və heyvan mənşəli piylərin miqdarını göstərir.

Birinci ekstraksiyadan sonra qalan su məhluluna  $pH \leq 1$  qədər 2n sulfat turşusu əlavə edirlər və eyni üsulla petroley efiri ilə ekstraksiyanı aparırlar və ayrılan maddələri qravimetrik üsulu ilə təyin edirlər. Belə  $X_3$  yağlı turşulara hesablanmış sabunların miqdarını mq/l-də tapırlar.

## 80. Alifatik sıranın uçucu turşuları

### 80.1. Ümumi miqdarın təyini

$C_nH_{2n+1}COOH$  və  $C_nH_{2n-1}COOH$  homoloji sıranın molekullarında karbon atomların miqdarı 1-6 olan ən kiçik üzvləri alifatik sıranın uçucu turşularına aiddir.

Bunlardan ən böyük əhəmiyyəti sirkə turşusu kəsb edir, bunun üçün də alifatik sıranın uçucu turşuların təyininin nəticəsi sirkə turşusuna hesablanır. Çirkab sularına alifatik sıranın uçucu turşuları yanacaqın pirogen parçalanmasından, sirkə turşusu və mürəkkəb efirlər, sintetik kauçuk və başqa istehsalatlarında daxil olur. Bundan başqa onlar çirkab sularında üzvi maddələrin qıcıqlanmasından əmələ gəlirlər.

### 80.2. Metodun mahiyyəti

Metod çirkab suyunda fosfat turşusu ilə turşulaşdıqdan sonra bu turşuların qovulmasına və qovmanı fenolftaleinin iştirakı ilə qələvi ilə titrlənməsinə əsaslanır.

### 80.3. Reaktivlər

- natrium qələvisi, 0,1n və 10%-li məhlul.
- fosfat turşusu, 10%-li məhlul. Sıxlığı  $1,7q/sm^3$  olan fosfat turşusunun 70 ml 1 litrə qədər su ilə durulaşdırırlar.
- fenolftalein, 1%-li spirtli məhlul.

### 80.4. Təyinatın gedişi.

Qovucu kolbaya 50-200 ml analiz olunan sudan daxil edirlər (bu həcmdə uçucu turşuların miqdarı 30 mekv. çox olmamalıdır), lazım gəldikdə həcmi 100 ml distilə suyu ilə durulaşdırırlar və fenolftaleinə görə 10%-li natrium qələvisi ilə qələviləşdirirlər. NaOH artıqlığını əlavə edirlər və kolbanı mayenin həcmi 50-60 ml qalana qədər qovurlar. Qovucu kolbada qalan mayeni ilkin həcmə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, 10 ml fosfat turşusu ilə turşulaşdırırlar və qovmanı aparırlar. Soyuducu ilə qəbuledicini birləşdirən alonjin ucu qəbuledicidəki 10 ml suyun içində olmalıdır.

Qovucu kolbada mayenin miqdarı 10-15 ml olduqda, qızdırılmanı saxlayırlar, kolbanı soyudurlar və 50 ml distillə suyu əlavə

edirlər və qovmanı yenə də eyni həcmdə maye qalana qədər davam edirlər.

Karbon dioksidi, hidrogen sulfidi, kükürd dioksidi və sairəni kənarlaşdırmaq üçün distillatdan 10-15 dəqiqə hava üfürürlər, sonra 10 damcı fenolftalein əlavə edirlər və itməyən zəif çəhrayı rəng alınana qədər dəqiq 0,1N natrium qələvisi məhlulu ilə titirləyirlər.

**80.5.Hesablama.** Sirkə turşusuna hesablanmış uçucu turşuların miqdarını mqkv/l (X) və ya mq/l (X<sup>1</sup>) miqdarını aşağıdakı düsturla təyin edirlər.

$$X=a \cdot K \cdot 0,1 \cdot 1000/V$$

$$X^1=a \cdot K \cdot 6,0 \cdot 1000/V$$

burada:

- a* - titrləməyə sərf olunmuş 0,1n natrium qələvi məhlulun həcmi, ml.  
*K* - NaOH məhlulunu 0,1n qatılığına gətirən düzəliş əmsali.  
*V* - analiz olunan çirkab suyun həcmi, ml.  
6,0 - qram 0,1n natrium qələvi məhlulun 1 ml-ə uyğun olan sirkə turşusunun miqdarı, mq-la.

## 81. Tetraetilqurğuşun

### 81.1. Fotometrik metod. Metodun mahiyyəti

Metod tetraetilqurğuşunun yodla (ya da bromla) qızdırdıqda, onun parçalanması nəticəsində azad qurğuşun ionların alınmasına əsaslanır. Tetroetil qurğuşunu əvvəlcə çirkab suyundan üzvi həlledicilərlə (benzin, xloroform, petrolei efiri və s.) çıxarmaq lazımdır.

Su hovuzların suyundan tetraetilqurğuşunun yol verilən həddə olmaması nəzərdə tutulduğuna görə, qurğuşun ionlarını analitik üsulların ən həssas olanı ilə təyin edirlər.

Sulfafarsazenin [4-(n-sulfofenilazo) – 4 nitrodiazoaminobenzol-2-arsn turşusunun natrium duzu, plümbon] istifadəsi ilə üsulu aparırlar.

### 81.2.Reaktivlər

- Qurğuşun nitratin standart məhlulu. Əsas məhlul. 1,0240 qram qurğuşun nitrati Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 1 litr həcmli ölçü kolbasına keçirib, 3%-li ammonium asetat məhlulunda həll edirlər və eyni məh-

- hulla həcmi cizgiyə çatdırırlar, alınan məhlulun 1 ml-də  $Pb(C_2H_5)_4$  - ün miqdarı 1 mq-dır.
- İşçi məhlul. 1 litr həcmli ölçü kolbasına 10 ml əsas standart qurğuşun nitrat məhlulu yerləşdirib və cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1ml-də  $Pb(C_2H_5)_4$  miqdarı 10mqk uyğundur.
  - ammonium asetat, 3%-li məhlul. Məhlul neytral və ya metil qırmızıya görə zəif turşulu olmalıdır, əks halda onu 2%-li sirkə turşusu əlavə etməklə neytrallaşdırırlar.
  - sirkə turşusu, 2%-li məhlul.
  - petroley efiri (70°C qədər qovulmuş benzin)
  - yod, petroley efirində və ya benzində 5%-li məhlul.
  - sulfat turşusu, sıxlığı  $1,84 \text{ q/sm}^3$  a.ü.t.
  - sulfarsazen, 0,1n natrium tetraborat məhlulunda 0,05%-li məhlul
  - natrium tetraborat (bura)  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ , 0,1n məhlul.
  - Təzə qaynadılmış və soyudulmuş distillə suyunda 19,07 qram a.ü.t. reaktivi həll edib, həcmi 1litrə çatdırırlar.
  - Natrium xlorid, a.ü.t.
  - xlorid turşusu, 0,1n məhlul.

### **81.3. Dərəcəli qrafiki**

Qrafiki qurmaq üçün 0,2; 0,4; 0,6; ...; 2,0ml qurğuşun nitrat işçi standart məhlulunu götürüb, hərəsinə 0,2ml 0,1n xlorid turşusu əlavə edib, 9,5 ml-ə qədər natrium tetraborat məhlulu ilə durulaşdırırlar və 0,5ml sulfarsazen məhlulunu əlavə edib, rənglənmiş məhlulun optiki sıxlığını aşağıda göstərilən kimi ölçürlər.

### **81.4. Təyinatın gedişi**

Ayrıncı qıfa 500ml analiz olunan çirkab suyunu daxil edirlər, 30 qram a.ü.t. natrium xlorid, 30 ml petroley efiri və ya benzin əlavə edib, 5 dəqiqə çalxalayır və mayeni təbəqələşməyə saxlayırlar. 20 dəqiqədən sonra üst təbəqəni ayırırlar, su təbəqəsini isə yenidən eyni porsiyalı üzvi həlledici ilə çalxalayır. Ekstraktları birləşdirirlər, lazım gəldikdə kağız filtirdən süzülər və axırıncını eyni ekstragentlə yuyurlar.

Alınan petroley efirində tetraetilqurğuşun məhlulunu kiçik çini kasaya keçirirlər, 4ml benzində yod məhlulunu əlavə edirlər və həl-

ledicini su hamamında buxarlandırırlar. Soyuduqdan sonra kasadakı qalığa 1 ml sulfat turşusu əlavə edirlər və üstü örtülü elektrik sobada kasanın içindəki tam quruyana qədər buxarlandırırlar. Bütün kömürlü hissəciklərin yanması üçün kasanı mufel sobasına yerləşdirirlər və ehtiyatla 500-600°C temperaturda közərdirlər. Soyudurlar, qalığı 2 ml ammonium asetat məhlulunda həll edirlər və miqdarca 10 ml həcmli dərəcələnməmiş sınaq şüşəsinə keçirirlər (lazım gəldikdə filtrdən süzülər) və kasanı (filtiri) 0,1n natrium tetraborat məhlulu ilə yuyurlar və yuyucu suları sınaq şüşəsində olan məhlula əlavə edirlər. 0,2 ml 0,1n xlorid turşusu əlavə edirlər, həcmi bura məhlulu ilə 9,5 ml-ə çatdırırlar və 0,5 ml sulfarsazen məhlulu əlavə edirlər. 10 dəqiqədən sonra alınan rənglənməmiş məhlulun işıqduzulmasını  $\lambda=510\text{nm}$  dalğa uzunluğunda ölçürlər. İkinci küvetdə yoxlayıcı təcrübənin məhlulunu tökürlər. Yoxlayıcı təcrübədə 500 ml distillə suyunu götürüb, analizin bütün mərhələlərindən keçirirlər. Təyinin nəticəsini dərəcəli qrafikinə görə tapırlar.

## 82. Formaldehid

### 82.1. Xromotrop turşusu ilə fotometrik metod

**Metodun mahiyyəti.** Sulfat turşusunun iştirakı ilə formaldehidin durulaşdırılmış məhlulları xromotrop turşusu (1,8 dihidroksinaftalen 3,6-disulfoturşu) ilə qızdırdıqda reaksiyaya girir, əvvəlcə rəngsiz kondensasiya məhsulu alınır. Sonra bu məhsul sulfat turşusu ilə oksidləşərək, tünd qırmızı rəngli birləşmə əmələ gətirir.

### 82.2. Reaktivlər

- sulfat turşusu, sıxlığı  $1,84 \text{ q/sm}^3$ , 1n məhlul

- xromotrop turşusu, 2%-li məhlul. Xromotrop turşusunu preparatı təmiz olmalıdır. Texniki xromotrop turşusunu aşağıdakı metodla təmizləyirlər. 1 litr həcmli yumrudibli kolbaya 66 qram texniki xromotrop turşusu və 500 ml 30% natrium asetat məhlulu tökürlər. Qarışığı qaynayan su hamamında 30-35 dəqiqə qızdırırlar, məhlulu kömürdən və xromotrop turşusunun qalığından ayırmaq üçün titrləyirlər.

Tünd-qonur rəngli filtrata 7,5-10,0 ml qatı natrium hidrosulfid məhlulu əlavə edirlər (xromotrop turşusu məhlulunun rəngi saralmalıdır), konqo reaksiyasına görə məhlulun sıxlığı  $1,19 \text{ q/sm}^3$  olan

xlorid turşusu ilə turşulaşdırırlar və 15-20°C qədər soyudurlar. Ayrılan xromotrop turşusunu sovurub, 50-75 ml 10%-li natrium xlorid məhlulu ilə yuyurlar. Sıxılmış məhsulu yenə 50 ml spirtlə yuyurlar və 50-70°C temperaturda qurudurlar.

- natrium qələvisi, 1n məhlul.
- yod, 0,5n məhlul
- natrium tiosulfat, 0,05n məhlul
- nişasta, 0,5%-li məhlul.
- formaldehidin standart məhlulu. Qatı məhlulu durulaşdırırlar,

alınan məhlulun 1 ml-də formaldehidin miqdarı 2 mq olmalıdır. Durulaşdırılmış məhlulun titrini yodometrik üsulla təyin edirlər. Bunun üçün məhlulun 5 ml-nə 50ml yod məhlulu və 15 ml NaOH məhlulu əlavə edirlər, 15 dəqiqədən sonra 20 ml 1n sulfat turşusu məhlulu ilə turşulaşdırırlar və yenə 15 dəqiqədən sonra ayrılan yodu nişastanın iştirakı ilə natrium tiosulfat məhlulu ilə titirləyirlər. Məhlulun rəngi bir neçə sutka itmir.

### **82.3. Dərəcəli qrafiki**

Qrafiki qurmaq üçün formaldehidin standart məhlulları hazırlanmalıdır. Bu məhlulların 1 ml tərkibində formaldehidin miqdarı 0,5-dən 20mkq qədər olmalıdır. Hər məhluldan 1 ml götürüb onları analiz olunan məhlul kimi xromotrop və sulfat turşuları ilə emal edirlər, 50 ml-ə qədər durulaşdırırlar və işıquduculuğunu ölçürlər.

### **82.4. Təyinatın gedişi**

Formaldehidin miqdarı 0,6 mq/ℓ - dən çox olduqda, analiz olunan çirkab suyun elə həcmi götürürlər ki, tərkibində formaldehidin miqdarı 0,125-5 mq olmalıdır, lazım olduqda, su ilə 200ml qədər durulaşdırırlar, qovucu kolbaya keçirirlər və 10 ml 1,84q/sm<sup>3</sup> sıxlıqlı sulfat turşusu ilə turşulaşdırırlar. Sonra kolbanı soyuducu ilə birləşdirərək 130-135 ml mayeni qovurlar. Qovucu kolbanı soyudub, içinə 100 ml distillə suyu töküüb, qarışdırırlar və yenə 100 ml qovurlar. Distillatı 250 ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər və su ilə cizgiyə qədər durulaşdırırlar və qarışdırırlar.

Kolbadan 1 ml məhluldan götürüb, 0,5 ml xromotrop turşusu məhlulu, 5 ml 1,84q/sm<sup>3</sup> sıxlıqlı sulfat turşusu əlavə edirlər və kolbanı 30 dəqiqə qaynayan su hamamında saxlayırlar. Məhlulu soyudub, 50 ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər və distillə suyu ilə



həcmi cizgiyə çatdırırlar. Məhlulu qarışdırıb 5 sm layın qalınlığı olan küvetdə və  $\lambda=570\text{nm}$  dalğa uzunluğunda yoxlayıcı təcrübə məhlulun nisbətində onun optiki sıxlığını ölçürlər.

İşıq udmanın molyar əmsalı  $12 \cdot 10^3$  bərabərdir.

Formaldehidin miqdarı 0,06-dan 1,2 mq/l qədər olduqda, qovucu kolbaya 200ml analiz olunan məhluldan töküüb, 1,84 q/sm<sup>3</sup> sıxlıqlı sulfat turşusu ilə turşulaşdırıb və yuxarıda göstərilən kimi qovurlar. Distillatı 250 ml-ə qədər durulaşdırırlar. Sınaq şüşəsinə 6 ml distillat götürüb, 0,5ml xromotrop turşusu, 5ml 1,84 q/sm<sup>3</sup> sıxlıqlı sulfat turşusu əlavə edirlər və sınaq şüşəsinə qaynayan su hamamında 30 dəqiqə saxlayırlar. Sınaq şüşəsinə otaq temperaturuna qədər soyudub, 20 ml həcmə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar və qatın qalınlığı 5 sm olan küvetə keçirirlər və optiki sıxlığını ölçürlər.

Dərəcəli qrafikini qurmaq üçün 6 ml-də 0,3-dən 6 mkq-a qədər formaldehid olan standart məhlullardan istifadə olunur.

### 83. Xloroform və karbon dörd xlorid

#### 83.1. Fotometrik metodla ümumi miqdarın təyini

*Metodun mahiyyəti.* Qələvi mühitində karbon dörd xlorid və xloroform piridinlə tünd- qırmızı rəngli birləşmələr əmələ gətirir .

#### 83.2. Qlutakon aldehidin

Qlutakon aldehidin xlor törəmələri davamsız birləşmələr olduğuna görə, optiki sıxlığın ölçüsü  $\lambda=536\text{nm}$  dalğa uzunluğunda dərhəl aparılmalıdır.

#### 83.3. Reaktivlər

- piridin, təzə qovulmuş və susuzlaşdırılmış

- natrium qələvisi, 0,1n məhlul

- karbon dörd xloridin standart məhlulu. Əsas məhlul. 50 ml həcmli ölçü kolbasına az miqdarda quru piridin daxil edib, tıxacla bağlayırlar və çəkirlər. Sonra kolbaya az həcmdə karbondördxlorid əlavə edirlər, tıxacla bağlayırlar, qarışdırırlar və yenə çəkirlər. Kütlələr fərqi daxil olunan karbon dördxloridin kütləsini göstərir. Cizgiyə qədər piridin əlavə edib, qarışdırırlar.

İşçi məhlul. Əsas standart məhlulu quru piridinlə elə durulaşdırırlar ki, alınan məhlulun 1 ml tərkibində  $\text{CCl}_4$ -ün miqdarı 0,1 mq olsun.

### **83.4. Təyinatın gedişi.**

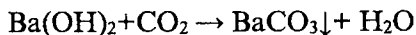
50-100 ml analiz olunan çirkab sudan ( $\text{CCl}_4$  miqdarından asılı olaraq) qaba yerləşdirirlər. Qəbuledicilər kimi iki ardıcıl birləşmiş şüşə qablardan istifadə olunur, birinciyə 15 ml, ikinciyə 10 ml piridin tökürlər. 25-30 dəqiqə bütün sistemdən hava keçirirlər, sonra qəbuledicilərdə olan piridin porsiyalarla birləşdirirlər və müəyyən həcmi götürüb (tərkibində  $\text{CCl}_4$ -ün miqdarı 0,1-1,0 mq olmalıdır), dərəcəli və kip tıxacla təhciz olunmuş sınaq şüşəsinə yerləşdirirlər və 10 ml həcmə qədər piridinlə durulaşdırırlar. Büretdən 0,4 ml natrium qələvi məhlulunu əlavə edib, tıxacla bağlayırlar və qarışdırırlar. Tıxacı bir az qaldıraraq (tam kip olmamaq üçün) sınaq şüşəsinə 15 dəqiqə qaynayan su hamamına yerləşdirirlər, sonra 5 ml distillə suyu əlavə edirlər, otaq temperaturuna qədər su axınında soyudurlar və alınan rəngli məhlulun optiki sıxlığını  $\lambda=536\text{HM}$  dalğa uzunluğunda yoxlayıcı təcrübə məhlulun (təmiz piridin uyğun həcmi eyni miqdarda natrium qələvi məhlulunu əlavə edirlər və qaynayan su hamamında qızdırırlar) nisbətində ölçürlər.

Nümunədə karbon dördxloridin miqdarını dərəcəli qrafikinə görə tapırlar. Dərəcəli qrafikini qurmaq üçün 1-dən 10 ml-ə qədər standart işçi məhlullardan götürüb, dərəcələnməmiş sınaq şüşələrinə yerləşdirilən və sonra analizin nümunəsində olan kimi davam edirlər.

## **84. Konduktometrik metodu ilə karbohidrogenlərdə karbon dioksidin təyini.**

### **84.1. Metodun mahiyyəti və təyinatı**

Metod barium hidroksid məhlulu ilə karbon dioksidin ekstraksiyasına və sonra reaksiyaya girməyən  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -nin qatılığının konduktometrik üsulu ilə təyininə əsaslanır.



#### **84.2. Ölçü vasitələr, cihazlar, reaktivlər, məhlullar**

- konduktometr OK-102 və ya OK-1012/I (Macarıstan) ya da başqa markalı
- Zınqırova bənzər elektrod OK-902, cihazın komplektində tədarük olunmuş.
- Ultrotermostat müxtəlif tipli,  $25 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ -ə tənzimlənmiş
- $25\text{sm}^3$  həcmli termostat özək
- DÜİST 20292-74 görə sıfırı avtomatik düzələn büret 7-2-3 və ya 7-2-10
- DÜİST 20292-74 görə pipet, 2-1-25
- DÜİST 25336-82 görə qıf BD-1-100 XC-1
- Metal konteynerinə yerləşdirilmiş  $100\text{sm}^3$  həcmli şüşə qab
- DÜİST 4107-78 k.t. və ya a.ü.t. Barium hidrokسيد, 0,05n sulu məhlul
- DÜİST 3118-77 xlorid turşusu k.t. 0,1n sulu məhlul.
- DÜİST 6709-72 görə qaynamaqla  $\text{CO}_2$ -dən təmizlənmiş distillə suyu.
- $\text{CO}_2$ -dən azad olmaq üçün askarit və ya əhənglə doldurulmuş iki kalonkadan keçən DÜİST 9293-74 görə azot

#### **84.3. 0,05N barium hidrokسيد məhlulün hazırlanması**

Qaynayana qədər qızdırılmış  $1\text{dm}^3$  distillə suyunda 32 qram  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  həll edirlər. İsti məhlulu pambıqdan kip keçən tıxaclı şüşə qaba süzülür. Bu tıxacı sıfırın avtomatik düzələn büret və təzyiqli artıran armudcuq taxılıb. Büret atmosferdən bağlanan askarit borusu ilə qorunur və yalnız məhlulun dozaların bölünməsində açılır. Təzyiqli yaradan armudcuq büretlə kran və askarit borusu vasitəsi ilə birləşir. Kranı yalnız büreti dolduran zamanda açılır.

$\text{Ba}(\text{OH})_2$ -nin normallığını vizual üsulla təyin edirlər, müəyyən olan məhlulun həcmi fenoltaleinin iştirakı ilə 0,1n xlorid turşusu məhlulu ilə titirləyirlər.  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  -nin qatılığını qrafik qurulan gündə təyin edirlər.

#### **84.4. Dərəcəli qrafikin qurulması**

Termostatı qoşub, özlükdə  $25 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$  temperaturu saxlayırlar. Konduktometri, cihaza əlavə olunan təlimata görə işə hazırlayırlar. Təmiz quru özlüyə pipetlə  $25\text{sm}^3$  təzə qaynamış distillə suyu töküüb, azot axını qoşurlar, özlülüyə elektrodları daxil edirlər, məhlulu 10

dəqiqə 25°C saxlayırlar və cihaza görə elektrik keçiricinin qiymətini yazırlar.

Sonra mikrobüret vasitəsi ilə özlüyə 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 1,0; 1,3; 1,5; 1,7; 2,0 sm<sup>3</sup> Ba(OH)<sub>2</sub>-nin hər porsiyasından sonra cihazda dayanıqlı göstərici alınana qədər məhlulu qarışdırırlar və hər dəfə elektrikkeçiriciliyini qeyd edirlər.

Əlavə olunan titratın hər nöqtəsində Ba(OH)<sub>2</sub>-nin qatılığını aşağıdakı düsturla hesablayırlar.

$$C \text{ mol/dm}^3 = V_1 \cdot N/V_2 + V_1$$

Burada:

- $V_1$  - verilən nöqtədə əlavə olunmuş borat suyunun həcmi, sm<sup>3</sup>.  
 $N$  - barit suyunun dəqiq molyarlığı, mol/dm<sup>3</sup>.  
 $V_2$  - özlülükdən götürülmüş distillə suyun miqdarı

Millimetr kağızında məhlulun elektrik keçiricisinin Ba(OH)<sub>2</sub> qatılığından asılılıq qrafikini qururlar. Bu qrafik düzxətlidir. Dərəcələməni iki dəfə aparırlar. Alınan dərəcələli qrafikini analiz gedişatında Ba(OH)<sub>2</sub> qatılığının təyində istifadə edirlər.

#### 84.5. Təyinatın gedişi

100sm<sup>3</sup> həcmli şüşə qaba pipetlə 25sm<sup>3</sup> distillə suyu yerləşdirirlər, əlavə olunan cədvələ uyğun mikrobüretdən 0,1-2,0 sm<sup>3</sup> Ba(OH)<sub>2</sub> əlavə edirlər. Butulkamı tıxacla bağlayıb metal konteynerə qoyurlar, konteyneri qapağını burub bərkidirlər və texniki tərəzidə çəkirlər. Karbohidrogenləri tutumdan yığıb, yenidən çəkirlər. Konteynerin içindəkini 3 dəqiqə çalxalayırırlar, artıq təzyiği iynə vasitəsi ilə açıb buraxırlar (karbohidrogenlərin tam buxarlandırılmamaq şərti ilə), içindəkini dərhal ayırıcı qıfa keçirirlər və aşağıdakı təbəqəni əvvəlcədən yuyulmuş, qurudulmuş və termostatlanmış elektrik keçiricini ölçən özlüyə boşaldırlar.

Təmizlənmiş azotun fasiləsiz axınında özlülü məhlulu 10 dəqiqə saxlayırlar, elektrodu daxil edirlər və məhlulun elektrik keçiricisini yoxlayırlar. Ba(OH)<sub>2</sub> qatılığını dərəcəli qrafikinə görə təyin edirlər.

#### 84.6. Nəticənin hesablanması

Karbohidrogenlərdə CO<sub>2</sub>-nin kütlə payımı (X) %-lə aşağıdakı düsturla təyin edirlər.

$$X=(C_0-C)\cdot 44\cdot V_{\text{um}}\cdot 100/1000\cdot M$$

$$C_0 = V_1 \cdot N/V_2 + V_1$$

- $C_0$  – məhlulda  $Ba(OH)_2$  –nin ilkin qatılığı (ekstraksiyadan əvvəl),  $\text{mol/dm}^3$ .
- $C$  – ekstraksiyadan sonra, dərəcəli qrafikindən tapılmış  $Ba(OH)_2$  –nin qatılığı,  $\text{mol/dm}^3$ .
- 44 – karbondioksid qazın ekvivalent çəkisi, qram.
- $V_{\text{um}}$  – ekstraksiyaya götürülmüş məhlulun ümumi miqdarı ( $V_2+V_1$ )  $\text{sm}^3$ .
- $M$  – analiz üçün götürülmüş karbohidrogenlərin çəkisi, qram.

Analiz üçün götürülmüş karbohidrogenlərin çəkisi  $\text{CO}_2$  miqdarından asılıdır və təqribən qiymətlər cədvəldə verilib.

**Cədvəl 1**

k/h-də $\text{CO}_2$ -nin kütlə payı, %-lə	analiz üçün götürülən k/h çəkisi, q	Analiz üçün 0,05M $Ba(OH)_2$ məh-n həcmi
0,1÷0,2	1 ÷ 3	2 ÷ 3
0,01 ÷ 0,05	5 ÷ 8	1,0
0,01	10 ÷ 30	0,2 ÷ 0,5

Karbon dioksidin kütlə payı 0,005%-dən az olduqda, böyük miqyasda ayrı dərəcəli qrafikini qururlar (özlülükdə qatılığının intervalı  $1\cdot 10^{-4} \div 6\cdot 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ).  $\text{CO}_2$ -nin təyin olunan minimal kütlə payı  $1\cdot 10^{-4} \%$ .

Kütlə payı  $\text{CO}_2 \geq 0,1\%$  olduqda,  $V = \pm 7\%$  nisbətində təşkil edir,  $r = 0,02\%$  mütləq, kütlə payı  $\text{CO}_2 \leq 0,01\%$  olduqda  $V = \pm 16\%$  nisbi təşkil edir.

Analiz qurtardıqdan sonra, özlülüü distillə suyu ilə yaxşı yuyurlar. Özlülük  $BaCO_3$ -ün ağ təbəqəsi ilə örtüldükdə, onu turşu ilə, sonra su ilə yuyub, qurudurlar (özlülükdə turşu qalmamalıdır).

Elektrodları 2 dəqiqə 0,1N HCl saxlayırlar, sonra bir neçə dəfə su ilə yuyub, distillə suyunda saxlayırlar.

## 85. Dövrü suda qalq aktiv xlorun təyini

### 85.1. Üsulun mahiyyəti

Bu üsul aktiv xlorun iştirakı ilə kalium yodidın sərbəst yoda qədər oksidləşməsinə və ayrılan yodun natrium tiosulfat məhlulu ilə titrlənərək aktiv-xlorun təyininə əsaslanır. Turş mühitdə ozon, nitritlər, dəmir oksidi və digər birləşmələr kalium yodiddən yodu çıxarırlar, bu səbəbdən də su nümunəsi pH 4,5 olan bufer məhlulu ilə turşulaşdırılır.

Yodometrik üsul tərkibində aktiv xlorun miqdarı  $0,3\text{mq/dm}^3$ -dan yuxarı olan suyun ( $250\text{sm}^3$  analiz nümunəsi) analizi üçün nəzərdə tutulmuşdur. Bu üsuldən rəngli və bulanlıq su nümunələrinin analizində də istifadə etmək olar.

### 85.2. Cihazlar, kimyəvi qablar və reaktivlər

- Kolbalar  $K_H$ - I-500-29/32 və  $K_H$ - I-750-29/32, TD, DÜİST 25336-82
- Pipetlər 5-1-5, DÜİST 20292-74
- Mikrobüretlər 6-2-2, 6-2-5 və 6-2-10, DÜİST 20292-74
- Kolba 2-1000-2, DÜİST 1770-74
- Texniki laboratoriya tərzəsi
- Natrium tiosulfat, DÜİST 27068-86 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  = 0,005 n)
- Həll olan nişasta, DÜİST 10163-76, 5%-li məhlul
- Distillə suyu, DÜİST 6709-72, karbon turşusundan azad olmuş
- Asetat bufer məhlulu

102ml qatılığı 1n olan sirkə turşusu və 98 ml sirkə turşusunun natrium duzunun məhlulu (136,1 qram  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$   $1\text{dm}^3$  suda həll edilir) həcmi  $1\text{dm}^3$  olan kolbaya tökülür və həcmi karbon turşusundan azad olunmuş distillə suyu ilə cizgiyə çatdırılır.

### 85.3. Təyinatın gedişi

Konusvari kolbaya 0,5 qram kalium yodid töküüb 1-2ml distillə suyunda həll edilir, üzərinə təqribən analiz olunan suyun qələviliyinin qiymətinin 12,5-inə bərabər miqdarda bufer məhlulu əlavə edilir. Sonra üzərinə  $250\text{-}500\text{sm}^3$  analiz olunan su tökülür. Ayrılan yod mikrobüretkadan 0,005n natrium tiosulfat məhlulu ilə açıq-sarı

rəng alınana qədər titirlənir, üzərinə 0,5%-li 1ml nişasta məhlulu əlavə edərək göy rəng itənə qədər titirlənir.

Suyun qələviliyini təyin edərkən əvvəlcədən ayrıca su nümunəsi götürülərək natrium tiosulfatın köməyi ilə xlorozlaşdırılır.

Nümunədə aktiv xlorun miqdarı 0,3mq-dan aşağı olduqda titrləmə üçün böyük həcmdə su nümunəsi götürülür.

#### **85.4. Nəticələrin hesablanması**

Qalıq aktiv xlorun kütlə qatılığı (X) mq/dm<sup>3</sup> ilə aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$X = \frac{a \cdot K \cdot 0,177 \cdot 1000}{V}$$

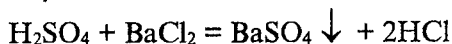
Burada:

- a* - nümunənin titrlənməsinə sərf olunan natrium tiosulfat məhlulunun həcmi, sm<sup>3</sup>;
- K* - 0,005n natrium tiosulfat məhlulunun düzəliş əmsalı;
- 0,177* - 0,005n 1ml natrium tiosulfat məhlulun uyğun gələn aktiv xlorun kütləsi;
- V* - analiz üçün götürülən su nümunəsinin həcmi, sm<sup>3</sup>.

### **86. Suda sulfat ionlarının miqdarının təyini**

#### **86.1. Metodun mahiyyəti**

Bu üsul sulfat ionlarının Ba<sup>2+</sup> ionları ilə qarşılıqlı təsiri zamanı həll olmayan BaSO<sub>4</sub> çöküntüsünün alınmasına əsaslanır.



Çökmə qurtardıqdan sonra reaksiya məhsulu filtirdən keçirilir, filtirdə qalan çöküntü xloridlərdən tam təmizlənənə qədər (HNO<sub>3</sub> məhlulu ilə turşulaşdırılmış AgNO<sub>3</sub> məhlulu ilə) yuyulur, qurudulur, sabit çəkiyə gələnə qədər közərdilir və BaSO<sub>4</sub> şəklində tərəzidə çəkilir.

#### **86.2. Cihazlar, kimyəvi qablar və reaktivlər.**

- Xlorid turşusu DÜİST 3118-77, 1:1 nisbətində durulaşdırılmış
- Barium xlorid, DÜİST 4108-72, 10%-li məhlul
- Gümüş nitrat, DÜİST 1277-77

- Azot turşusu, DÜİST 4161-77, qatı
- Stəkan B-I-400 TC, DÜİST 25336-82
- Kimyəvi qıf B-56-80, DÜİST 25336-82
- Tigel, hündür 3, DÜİST 9147-80
- Su hamamı
- Elektrik qızdırıcısı
- Mufel sobası (800°C-yə qədər)
- Eksikator 2-180, DÜİST 25336-82

### 86.3. Təyinatın gedişi

Analiz üçün götürülmüş nümunənin həcmi suyun tərkibindəki sulfat ionlarının miqdarından (25-200sm<sup>3</sup>) sonra lazımı həcmdə götürüb stəkana tökülür, HCl ilə metiloranja görə turş reaksiya alınana qədər turşulaşdırılır, sonra yenə də 2sm<sup>3</sup> HCl əlavə edilir. Məhlul qaynayana qədər qızdırılır, üzərinə dayanmadan qarışdıraraq damcı-damcı sulfatlar tam çökənə qədər isti barium xlorid məhlulu (≈ 3sm<sup>3</sup>) əlavə edilir, 1 dəqiqə qarışdırıb ağzını dairəvi şüşə qapaqla örtüb 2 saat müddətində su və ya qum hamamında, sonra isə 8-12 saat otaq temperaturunda saxlayırıq. Sonra çöküntü əvvəlcədən yuyulmuş külsüz, sıx filtrə keçirilir. Bu zaman çöküntü olan stəkan və qarışdırıcı şüşə çubuq isti su ilə yuyularaq filtrə tökülür. Filtirdəki çöküntü xlor ionları yox olana qədər isti su ilə yuyulur. Filtr nəm çöküntü ilə bərabər əvvəlcədən sabit çəkiyə gətirilmiş tigelə keçirilir, tigel kip olmayaraq qapaq ilə bağlanır və əvvəlcə zəif temperaturda qızdırılaraq qurudulur. Sobanın temperaturu yavaş-yavaş elə qaldırılır ki, tigeldəki filtr kağızı alışmayaraq kömürləşsin. Filtr kağızı tam kömürləşdikdən sonra tigelin qapağı götürülür və tigel 2 saat müddətində 800°C temperaturda közərdilir. Sonra tigel eksikatora qoyulur, yarım saat soyudulur və çəkilir.

### 86.4. Nəticələrin hesablanması

Sulfat ionlarının kütlə qatılığı (X) mq/dm<sup>3</sup> aşağıdakı formula ilə hesablanır.

$$X = \frac{0,4112 \cdot m \cdot 1000}{V}$$

Burada:

0,4112 - BaSO<sub>4</sub>-ün SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> ionlarına görə hesablama əmsali;  
m - çöküntünün kütləsi, mq;



### **87. Kimyəvi çirkab sularında benzol, toluol, etilbenzol və stirolun xromatoqrafik metodla təyini**

Bu üsul suyun kondensatından dietil efiri ilə ekstraksiya olunan və miqdarı daxili standart üsulu ilə təyin olunan qarışığın xromatoqrafik təyininə əsaslanır. Ayrılan komponentlərin qeyd olunması alovlu-ionlaşma detektorunun köməyi ilə həyata keçirilir.

#### **87.1. Lazım olan kimyəvi reaktivlər və cihazlar:**

- Alovlu- ionlaşma detektorlu xromatoqraf
- Xromatoqraf kalonkası, uzunluğu 4 metr, daxili diametri 3mm doldurulan sorbent diamomit kərpic (fraksiya 0,25-0,28mm). Üzərinə kərpicin çəkisinin 20%-i miqdarında trik-rezilfosfat (TKF) və ya polietilenqlikoladipinat hopdurulur.
- Mikroşipris 1÷10 mkq
- Tutumu 100 $sm^3$  olan ayırıcı qıf (2-3) ədəd
- kolba və ya pensilin şüşəsi, ağız rezin tıxacla
- dietil efiri , DÜİST 6265-52
- xlorbenzol, kt
- benzol, kt
- toluol, kt
- etilbenzol, kt, DÜİST 9585-60
- qovulmuş stirol
- loqarifmik xətkəş
- ölçü lupası
- qaz daşıyıcı-azot DÜİST 9293-80 və ya helium TŞ 51-940-80

#### **2.87.2.Cihazın iş rejimi**

- Sorbent PEQA Sorbent TFK
- kalonkanın temperaturu, °C 100 110
- buxarlandırıcının temperaturu, °C 150 150
- qaz-daşıyıcıazot və helium helium
- qaz-daşıyıcının sürəti,  $sm^3/dəq$ , 30 30
- hidrogenin sürəti,  $sm^3/dəq$  240-270 240-270
- özüyazan cihazın lentinin sürəti, mm/saat 240240
- Analiz nümunəsinin miqdarı 1-10mkl(0,01 $sm^3$ )

### 87.3. Təyinatın gedişi

Ayrııcı qıfa 40sm<sup>3</sup> analiz olunan su töküüb üzərinə 10sm<sup>3</sup> dietil efiri əlavə edilir və 15-20 dəqiqə müddətində çalxalanır. Ayrııldıqdan sonra ekstrakt (yuxarı təbəqə) şüşə qaba tökülüb ağzı tıxacla bağlanır. Təkrar ekstraksiya 2sm<sup>3</sup> efiqlə aparılır, ekstrakt yenə o şüşə qaba tökülür. Şüşə qabdakı ekstraktın üzərinə rezin tıxacdan mikroşprislə 3-4mq xlor benzol əlavə olunur. Xlor benzol daxili standart kimi götürülür. Hazır efir ekstraktın 10 mkl xromatoqramın buxarlandırıcısına baxıl edilir.

Təyin olunan aromatik karbohidrogenlərin miqdarı 2 mq/l az olduqda analiz üçün 500sm<sup>3</sup> su götürülür ki, birinci ekstraksiyadan sonra alınan ekstragent 50sm<sup>3</sup>, ikincidən alınan ekstragent 10sm<sup>3</sup> olsun.

Komponentlərin çıxma ardıcılığı aşağıdakı kimidir; benzol, toluol, etilbenzol, xlorbenzol, stiroil.

Komponentlərin çıxma yerini təyin etmək üçün süni hazırlan qarışıqla analiz nümunəsinin xromatoqrammaları müqaisə olunub. Alınmış xromatoqrama daxili standart üsulu ilə hesablanaraq suda aromatik karbohidrogenlərin miqdarı tapılır.

### 87.4. Nəticənin hesablanması

$$C = \frac{S_1 \cdot C_{CT} \cdot 1000}{S_{CT} \cdot V}$$

Burada:

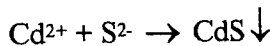
C - təyin olunan karbohidrogenlərin miqdarı, mq/dm<sup>3</sup>;

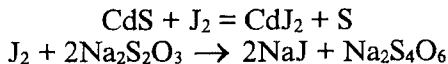
## 88. Çirkab sularında və qələvili axıntılarda sulfidlərin (Na<sub>2</sub>S, NaHS) və hidrogen sulfidin təyini

### 88.1. Metodun mahiyyəti:

Bu təlimat kimyəvi çirkab kanalizasiyalarına axıdılmazdan əvvəl təmizlənmiş çirkab sularında və oksidləşdirilmiş qələvili axıntılarda sulfidləri təyin etmək üçün nəzərdə tutulmuşdur.

Üsul kadmium sulfid çöküntüsünün əmələ gəlməsi, bu çöküntünün titrlənmiş yod məhlulunda həll olmasına əsaslanır. Bu zaman izafi yod tiosulfat məhlulu ilə titirlənir.





### 2.88.2..Lazım olan kimyəvi qablar və reaktivlər

- Kolba, K<sub>H</sub>-I-250-29/32 TŞ DÜİST 25336-82
- Ölçü silindri 1-10, I-100 DÜİST 1770-74
- Büretka 4-I-25, 4-I-50 DÜİST 20292-74
- Xlorid turşusu, durulaşdırılmış 1: 9, 900sm<sup>3</sup> distillə suyunun üzərinə 100sm<sup>3</sup> turşu (sxlığı 1,19q/sm<sup>3</sup>) tökülür.
- Kadmium sirkə turşusu, DÜİST 5824-79, 10%-li məhlulu
- Yod, DÜİST 4159-79, qatılığı 0,05 və 0,01N olan məhlul
- Natrium tiosulfat CEB 223-75, (0,01 və 0,05n) Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O məhlulu
- Həllolmuş kraxmal məhlulu, 0,1%
- Distillə suyu, DÜİST 6709-72

### 2.88.3.Təyinatın hazırlıq

Əgər nümunənin götürülməsi və analiz olunması arasındakı müddət çox deyilsə onda nümunə qablaşdırılır.

### 2.88.4.Təyinatın gedişi

#### 2.88.4.1. Təqribi ilkin təyinat

Əgər nümunə qablaşdırılmayıbsa və ya natrium hidrokسيد ilə qablaşdırılıbsa onda nümunənin tərkibində sulfidlərin təqribi ilkin təyinatı aparılır.

20 sm<sup>3</sup> analiz olunan su xlorid turşusu ilə turşulaşdırılır, üzərinə sarı rəng alınana qədər kiçik hissələrlə yod məhlulu əlavə edilir. Qalıq yod natrium tiosulfat məhlulu ilə titirlənir və suda sulfidlərin miqdarı hesablanır. Alınan nəticələrə əsasən analiz üçün götürülən çirkab suyunun miqdarı elə hesablanır ki, bu suyun tərkibində kükürdə görə sulfidlərin miqdarı 5-20mq olsun. Əgər çirkab sularında sulfidlərin kütlə qatılığının təqribi qiyməti 5mq/dm<sup>3</sup> olarsa, onda titirləmə üçün 0,01n qatılığa malik yod və natrium tiosulfat məhlulu götürülür.

### 88.4.2. Dəqiq təyinat

Təqribi təyinatın nəticələri əsasında hesablanmış miqdarda analiz nümunəsi götürüb üzərinə o vaxtadək artıqlaması ilə kadmium asetat əlavə edilir ki, çöküntü şüşə qabın dibinə çöksün. Çöküntü filtirdən keçirilir, qaynar distillə suyu ilə yuyulur. Çöküntü filtr kağızı ilə birlikdə çökdürülmə aparılan kolbaya keçirilir, üzərinə az miqdarda ( $5-10\text{sm}^3$ ) su tökülür, şüşə çubuqla qarışdırılaraq filtr kağızı horra şəklinə salınır. Kolbaya  $25-50\text{sm}^3$  yod məhlulu,  $5\text{sm}^3$  xlorid turşusu töküb ağzı tıxacla bağlanır, 5 dəqiqə qaranlıq yere qoyulur. Sonra kolbanın divarları və tıxac distillə suyu ilə yuyulur, yodun izafi hissəsi açıq-qəhvəyi rəng alınana qədər natrium tiosulfat məhlulu ilə titrlənir. Kolbadakı açıq qəhvəyi rəngli məhlulun üzərinə  $1\text{sm}^3$  kraxmal məhlulu əlavə edilərək göy rəng itənə qədər natrium tiosulfatla titrlənir.

Təyin zamanı elə miqdarda yod məhlulu götürülür ki, onun əks titirlənməsinə təqribən iki dəfə az həcmdə natrium tiosulfat məhlulu sərf olunsun.

Paralel olaraq distillə suyu ilə müqayisə məhlulu hazırlanır və titrlənir.

### 2.88.5. Nəticələrin hesablanması

Sulfidlərin kütlə qatılığı faizlə (cəm şəklində) hidrogen sulfidə (X) və natrium oksidə( $X_1$ ) görə  $\text{mq}/\text{dm}^3$  ilə aşağıdakı formula üzrə hesablanır.

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,85 \cdot 1000}{V}$$

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 1,55 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

$V_1$  – müqayisə nümunəsinin titrlənməsinə sərf olunan  $0,05\text{n}$  natrium tiosulfatın həcmi,  $\text{sm}^3$ ;

$V_2$  – analiz olunan nümunənin titirlənməsinə sərf olunan  $0,05\text{n}$  natrium tiosulfatın həcmi,  $\text{sm}^3$ ;

$V$  – analiz üçün götürülən suyun həcmi,  $\text{sm}^3$ ;

$0,85$  –  $0,05\text{n}$  yod məhlulunun  $1\text{sm}^3$  ekvivalent olan hidrogen sulfidin

*kütləsi, mq;*

1,55 - 0,05n yod məhlulunun 1sm<sup>3</sup> ekvivalent olan natrium oksidin kütləsi, mq.

0,01n yod və natrium tiosulfat məhlulu ilə analiz edərkən aşağıdakı əmsallardan istifadə olunur.

Hidrogen sulfidə görə - 0,17

Natrium oksidə görə - 0,31

### **2.89. İstehsalat binalarının havasında C<sub>2</sub> ÷ C<sub>4</sub> karbohidrogenlərinin az miqdarının təyini**

Bu üsul üzərinə sorbentin çəkisinin 20%-i miqdarında trikrezilfosfat və ya tributilfosfat hopdurulmuş diatolit kərpici doldurulmuş kalonkada komponentlərin xromatoqrafik ayrılmasına əsaslanır. Komponentlərin qeydiyyatı alovlu-ionlaşma detektorunun köməyi ilə aparılır. Hesabat mütləq kalibrləmə metodu ilə həyata keçirilir.

#### **89.1.Lazım olan cihazlar və kimyəvi reaktivlər:**

- Xromatoqraf LXM-8MD alovlu-ionlaşma detektorlu
- Xromatoqrafik kalonka- uzunluğu 6metr, diametri 3mm olan üzərinə sorbentin çəkisinin 20% miqdarında trikrezilfosfat və ya tributilfosfat hopdurulmuş diatomit kərpici doldurulmuş (0,25-0,28mm)
- Tibbi şipris, 1 və 5sm<sup>3</sup>, DÜİST 22967-82E
- Ölçü lupası, DÜİST 25706-83
- Ölçü xətkəsi
- Hidrogen balonu, DÜİST 3022-80
- Helium balonu, TŞ 51-940-80
- Hava, DÜİST 11882-73
- Şüşə butulka, 5000sm<sup>3</sup>
- Butadien 1,3 və ya izobutilen, qatılığı 98% az olmayan

#### **89.2.Cihazın təyinatına hazırlanması**

**Təyinatın aparılma şəraiti**

**TKFTBF**

- kalonkanın temperaturu 120°C20-25°C

- buxarlandırıcının temperaturu 150°C20-25°C

- qaz-daşıyıcının sürəti 20-25sm<sup>3</sup>/dəq 20-25sm<sup>3</sup>/dəq
- hidrogenin sürəti 25-30 sm<sup>3</sup>/dəq 25-30 sm<sup>3</sup>/dəq
- havanın sürəti 180-200 sm<sup>3</sup>/dəq 180-200 sm<sup>3</sup>/dəq
- verilən nümunənin miqdarı 3-5sm<sup>3</sup>3-5sm<sup>3</sup>
- diaqramma kağızının hərəkət sürəti 720mm/saat 720mm/saat

Analizi aparmaq üçün cihaz əvvəlcə yuxarı göstərilən iş şəraitində hazırlanmış süni qarışıq ilə dərəcələnilir. Dərəcələmə əmsalını təyin etmək üçün hava (azot) və təmizliyi 98,0%-dən az olmayan butadien və ya izobutilendən ibarət olan süni binar qarışıq analiz edilir. Binar qarışığı hazırlamaq üçün tutumu 500 sm<sup>3</sup> olan şüşə butulkanın içərisinə bir neçə şüşə diyircək atıb ağzını butilkauçuk tıxac ilə bağlayırlar. Tutumu 1sm<sup>3</sup> olan şprislə şüşə butulkaya 0,5sm<sup>3</sup> butadien və ya izobutilen daxil edilir. Süni qaz qarışığında butadienin qatılığı hesablanır.

$$C_{but} = \frac{V_{but} \cdot 2,5}{V_{but}}$$

Burada:

- $C_{but}$  – butulkadakı butadienin qatılığı, mq/sm<sup>3</sup>;
- $V_{but}$  – qaz qarışığını hazırlamaq üçün götürülən butadienin həcmi, sm<sup>3</sup>;
- $V_{but}$  – butulkanın həcmi, sm<sup>3</sup>;
- 2,5 – qaz halında olan butadienin həcmi.

Hazırlanmış süni qaz qarışığı qarışdırılır. Təmiz şprislə 1sm<sup>3</sup> analiz götürülür və xromatoqrafın kalonkasına vurulur. Pikin sahəsini hesablamaq üçün pikin uzunluğu, hündürlüyün yarısından ölçülən eninə vurulur. Alınan kəmiyyət isə cihazın həssaslığını göstərən miqyasa vurulur. Butadienə görə dərəcələmə əmsalı aşağıdakı formula ilə hesablanır.

$$K = \frac{C_{but} \cdot V}{S}$$

Burada:

- $K$  – dərəcə əmsalı; mq/sm<sup>2</sup>;
- $C_{but}$  – butulkadakı butadienin qatılığı, mq/sm<sup>3</sup>;
- $V$  – analiz üçün götürülən qarışığın həcmi, sm<sup>3</sup>;
- $S$  – xromatoqramda butadien pikinin sahəsi, sm<sup>2</sup>.

Süni hazırlanmış binar qaz qarışığından 3 dəfə analiz vurulur və dərəcə əmsalının orta qiyməti tapılır.

### 89.3. Nümunənin götürülməsi

İstehsalat binalarındakı hava içərisi hava ilə üfürülüb qurudulmuş tam təmiz qaz pipetkasına və ya şüşə şprisə doldurulur.

### 89.4. Analizin aparılması

Analiz cihazın dərəcələnməsi aparılan şəraitdə aparılır. Tibbi şprisə 5sm<sup>3</sup> həcmdə analiz cihaza vurulur. Xromatoqramma çıxarılır və C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> karbohidrogenlərinin həcmi aşağıdakı formula üzrə hesablanır.

$$C = \frac{S \cdot K \cdot 1000 \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- C – havada təyin olunan komponentin qatılığı, mq/m<sup>3</sup>;
- S – təyin olunan komponentin pikinin sahəsi, sm<sup>2</sup>;
- K – dərəcə əmsali; mq/sm<sup>2</sup>;
- V – cihaza vurulan nümunənin həcmi, sm<sup>3</sup>.

Analiz müddəti 10 dəqiqədir.

## 90. Argentometrik üsulla xloridlərin təyini (texniki su üçün)

### 90.1. Üsulun mahiyyəti

Bu üsul ilə xloridlərin təyini xlor-ionlarının neytral və ya çox zəif mühitdə kalium xromatın iştirakı ilə gümüş nitrat məhlulu ilə titirlənməsinə əsaslanır. İzfai gümüş nitrat məhlulunun ilk damcısı məhlulu qonur rəngə boyayan gümüş xromat çöküntüsü əmələ gətirir. Bu üsuldən xloridlərin miqdarı 2mq/dm<sup>3</sup>-dan yuxarı olduqda istifadə olunur. Tərkibində xloridlərin miqdarı 400mq/ dm<sup>3</sup> qədər olduqda analiz nümunəsini durulaşdırmadan titrləmək mümkündür. Xloridlərin qatılığı 10mq/dm<sup>3</sup> az olduqda nümunə əvvəlcədən buxarlandırılır.

### 90.2. Mane olan təsirlər

Analiz nümunəsi bulanıq və rəngli olduqda Bu nümunəni rəngsizləşdirmək və şəffaflandırmaq üçün aktivləşmiş kömür və ya alüminium hidrosid suspenziyasından istifadə olunur, sonra isə nümunə orta sıxlığa malik filtirdən süzülür.

Sianidləri əvvəlcədən hidrogen-peroksidlə parçalayırlar. Sulfidləri hidrogen peroksid əlavə etməklə kənarlaşdırırlar. Sulfid və tiosulfatları hidrogen-peroksidlə parçalayırlar. Nümunədə fosfatın miqdarı  $25\text{mq/dm}^3$  çox olduqda maneçilik törədir.

Dəmirin miqdarı  $10\text{mq/dm}^3$  çox olduqda ekvivalent nöqtəsinin düz tapılmasına maneçilik törədir.

### 90.3. Lazım olan kimyəvi qablar və reaktivlər

- Mikrobüretka 6-2-5, DÜİST 20292-74
- Kolba 2-250-2, DÜİST 1770-74
- Pipetka 2-1-25, 2-1-10, 5-1-5, DÜİST 20292-74
- Silindr 1-100, DÜİST 1770-74
- Sulfat turşusu DÜİST 4204-77,  $k.t(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/dm}^3$  (1N) qatılıqlı məhlul
- Kalium xromat, DÜİST 4459-79, 5%-li məhlul
- 50 qram  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  az miqdarda bidistillatda həll edilib üzərinə qırmızı çöküntü alınana qədər gümüş nitrat məhlulu əlavə edilir. 2 saatdan sonra məhlul filtirdən süzülür və bidistillat ilə həcmi  $1\text{dm}^3$  çatdırılır.
- Gümüş nitrat, DÜİST 1277-77, 0,1n, 0,05n və ya 0,02n
- Natrium xlorid, DÜİST 4233-77, 0,5n
- Fenolftalein, DÜİST 5850-72, 1%-li spirtdə məhlulu

### 90.4. Təyinatın gedişi

Nümunənin hazırlanması. Ceyranbatan və dəniz suyunun analizi zamanı eyni normalığa malik gümüş nitrat məhlulundan istifadə etmək üçün dəniz suyunu durulaşdırmaq lazımdır. Ceyranbatan suyundan titrləmək üçün  $100\text{sm}^3$  nümunə götürülür. Dəniz suyundan isə pipet ilə  $25\text{sm}^3$  götürüb həcmi  $250\text{sm}^3$  olan kolbaya töküüb üzərinə cizgiyə qədər distillə suyu töküüb, qarışdırırlar. Bu nümunədən titrləmək üçün  $25\text{sm}^3$  götürülür və üzərinə 75ml distillə suyu tökülür. Reagentlərlə emal olunan su nümunəsi turş və ya qələvi xassəyə malik ola bilər. Belə halda onu fenolftaleinə görə neytrallaşdırırlar.

Əgər su nümunəsində qələvi mühit varsa, onu sulfat turşusu ilə neytrallaşdırırlar. Buna görə onun üzərinə çəhrayı rəng itənə qədər damcı-damcı sulfat turşusu əlavə edilir.



Əgər su nümunəsində turş mühit varsa, əvvəlcə onun üzərinə çəhrayı rəng itənə qədər natrium hidooksid əlavə edilir, sonra isə rəng itənə qədər damcı-damcı sulfat turşusu əlavə edilir.

Hazırlanmış analiz nümunəsinin üzərinə  $1\text{sm}^3$  kalium bixromat məhlulu əlavə edilir və sarı-limon rəngindən narıncı-sarı rəngə keçənədək gümüş nitrat məhlulu ilə titrlənir. Yuxarıda göstərilən ardıcılıqla bidistillatdan müqayisə məhlulu hazırlanır.

### 90.5. Nəticələrin hesablanması

Xlor- ionlarının  $\text{mq-ekv/dm}^3$  ( $X$ ) və ya  $\text{mq/dm}^3$  ( $y$ ) ilə kütlə qatılıqları aşağıdakı formula üzrə hesablanır.

$$X = \frac{(a - b) \cdot K \cdot N \cdot 1000}{V}$$

$$y = \frac{(a - b) \cdot K \cdot N \cdot 35,45 \cdot 1000}{V}$$

buruda:

- $a$  - nümunənin titrlənməsinə sərf olunan gümüş nitrat məhlulunun həcmi,  $\text{sm}^3$ ;
- $b$  - müqaisə məhlulunun titrlənməsinə sərf olunan gümüş nitrat məhlulunun həcmi,  $\text{sm}^3$ ;
- $N$  - gümüş nitrat məhlulunun molyar qatılığı,  $\text{mol/dm}^3$ ;
- $K$  - qatılığı 0,1 (0,05 və ya 0,02)  $\text{mol/dm}^3$  olan nominal gümüş nitrat məhluluna düzəliş əmsali;
- $V$  - analiz üçün götürülən suyun həcmi,  $\text{sm}^3$ ;
- 35,45 - xlor-ionun ekvivalent molekula kütləsi,  $\text{q/mol}$ .

Təyinin dəqiqliyi 1-3  $\text{mq/dm}^3$ .

Analizin aparılma müddəti 10-15 dəqiqədir.

## 91. Suyun stabilliyinin təyini

Metal və beton səthlərlə uzun müddətli kontakt zamanı öz tərkibini dəyişməyən suya stabil su deyilir. Suyun stabilliyi onun tərkibində karbon 2 oksidin miqdarı artdıqda, pH qiyməti aşağı düşdükdə, kalsium və maqnezium karbonatla ifrat doyduqda, sulfat və xloridlərin qatılığı yüksək olduqda pozula bilər. Stabil su elə su hesab edilir ki, o kalsium karbonatı nə ayırır, nə də həll edir.

Stabilliyi xarakterizə edən kəmiyyət (C) aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$C = \frac{S_{ilkın}}{S_{doymuş}}$$

Burada:

$S_{ilkın}$  - təbii halda suyun qələviliyi,  $mq \cdot ekv/dm^3$ ;

$S_{doymuş}$  - kalsium karbonatla birgə çoxaldıqdan sonra suyun qələviliyi,  $mq \cdot ekv/dm^3$ .

Əgər C vahiddən kiçikdirsə su aqressivdir, vahiddən böyükdürsə kalsium karbonat çoxdur.

Stabillik 2 üsulla təyin edilir:

a) Karbonat sınaqları ilə (əsas üsul).

b) Kalsium karbonatla suyun doyma indeksi (təqribi üsul).

$Mq \cdot ekv/dm^3$ ;

### 91.1. Karbonat sınağı üsulu ilə suyun stabilliyinin təyini

Cihazlar, qablar, reaktivlər.

➤ Çalxalayıcı cihaz

➤ Mikrobüret 6-2-10, DÜİST 20292-74

Çalxalayıcı cihazdan suyu götürmək üçün xüsusi qurğudan istifadə olunur. Çalxalayıcı cihazda su toz şəkilli kalsium karbonatla qarışdırılaraq çalxalanır. Çalxalayıcının ağzındakı tıxacda 2 şüşə borucuq olur. Şüşə borucuğun birinə kalsium xlor doldurulmuş boru taxılır. Digər şüşə borucuğun ucu çalxalayıcının dibindən 3 sm hündürlükdə saxlanılır. Bu şüşə borucuğun digər ucuna rezin şlanq geydirilir. Şlanqın digər ucu içərisində məsaməli lövhəciyi olan şüşə qifin ağzındakı rezin tıxacı birləşdirilir. Qifin dar olan çıxış hissəsi tıxacsız konusvari kolbaya ( $250 \text{ sm}^3$ ) yerləşdirilir.

➤ Duz turşusu, DÜİST 3118-77, 0,1n qatılıqlı məhlul

➤ Metiloranj, 0,1%-li iki məhlul.

➤ Kalsium karbonat, DÜİST 4530-76.

➤ Kolba KH-2-250-34. DÜİST 25336-82

### 91.2. İlkın suyun qələviliyinin təyini

$2dm^3$ -dən az olmayan su nümunəsi şüşə butulkanın tıxacına qədər doldurulur. Suyun stabilliyi nümunə götürülən kimi təyin olunur (2 saatdan keç olmayaraq). Əgər suyun tərkibində asılqan maddələr varsa, onda nümunə 1-2 saat saxlanılır. Sonra  $100sm^3$

tədqiq olunan sudan götürüb konusvari kolbaya töküb metiloranjın iştirakı ilə xlorid turşusu ilə titrlənir.

Metiloranj ilə titrləmə zamanı analiz olunan suyun qələviliyi ( $S_{ilkin}$ )  $mq \cdot ekv/dm^3$  ilə aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$S_{ilkin} = \frac{a \cdot c \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- a* - metiloranj ilə titrləməyə sərf olunan 0,1N xlorid turşusunun həcmi,  $sm^3$ ;
- C* - xlorid turşusunun molyar qatılığı,  $mol/dm^3$ ;
- V* - analiz üçün götürülən su nümunəsini həcmi,  $sm^3$ .

### **91.3. Kalsium karbonatla doldurulmuş suyun qələviliyinin təyini.**

Həcmi 400-500 $sm^3$  olan şüşə qabın içərisinə 30 qram toz şəkilli kalsium karbonat tökülür, qab ağzına qədər distillə suyu ilə doldurulur və ağzı rezin tıxacla kip bağlanır. Şüşə qab üfüqi vəziyyətdə çalxalayıcı aparata yerləşdirilir və 3 saat müddətində 1 dəqiqədə 100-150 dəfə yellənməklə çalxalanır.

Çalxalanma qurtardıqdan sonra şüşə qab aparatdan çıxarılır, ağzındakı tıxac su nümunəsini götürmək üçün əvvəlcədən hazırlanmış tıxacla dəyişdirilir və 1 saat müddətində kalsium karbonatın çökməsi üçün gözləyirlər. Su şəffaf olduqdan sonra sifon vasitəsi ilə çəkilir şüşə filtirli qıfdan keçirilir, suyun ilk 50 $sm^3$  atılır. Konusvari kolbaya 100 $sm^3$  filtirdən keçən su töküb üzrinə metiloranj indiiqatoru əlavə edərək xlorid turşusu ilə titrlənir.

Natrium karbonatlı doyduqdan sonra suyun qələviliyi  $mq \cdot ekv/dm^3$  ilə aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$X = \frac{B \cdot C \cdot 1000}{V}$$

Burada:

- B* - titrləməyə sərf olunan xlorid turşusunun miqdarı,  $sm^3$ ;
- C* - xlorid turşusunun molyar qatılığı,  $mol/dm^3$ ;
- V* - analiz üçün götürülən nümunə,  $sm^3$ .

Suyun stabillik göstəricisi «C» ilkin suyun qələviliyinin kalsium karbonatla doymuş suyun qələviliyinə nisbətində bərabərdir.

$$C = \frac{S_{ilkın}}{S_{doymuş}}$$

## 92. Sənaye müəssisələrinin havasında stiro, izoprapil, benzol və toluolun miqdarının təyin edilməsi

### 92.1. Metodun mahiyyəti

Metod 20%-li trikrezil-fosfat və ya PEQA (polietilenolikoladi-pipat) hopdurulmuş atomit kərpiclə doldurulmuş kalonkada komponentlərin xromatoqrafik ayrılmasına əsaslanır.

Ayrı-ayrı komponentlərin qeydiyyatı alovlu ionlaşma detektorunun köməyi ilə həyata keçirilir.

Hesablama mütləq dərəcəli metodu ilə həyata keçirilir.

### 92.2. Avadanlıq və reaktivlər

- Alovlu-ionlaşma detektorlu xromatoqraf
- 20%-li polietilenqlikoladipinat (PEQA) və ya trikrezilfosfat (TKF) hopdurulmuş diatomit kərpiclə doldurulmuş, uzunluğu 4 metr və daxili diametri 3mm olan xromatoqrafik kalonka.
- Tibbi şpris 10 ml, DÜİST 2267-825
- Süni qarışıq hazırlamaq üçün 20ml tutumlu butulka
- Benzol, DÜİST 5955-75 «KT»
- Toluol, DÜİST 5789-78 «KT»
- Etilbenzol 98-99%-li, DÜİST 9315-77
- Stiro, DÜİST 10003-81
- Loqarifmik xətkəş, DÜİST 5161-725
- Ölçü lupası, DÜİST 25706-83
- Qazdaşıyıcı-azot, DÜİST 9293-74 və ya helium TŞ 51-68975

### 92.3. Xromatoqrafın iş rejimi

#### PEQA Sorbent TKF

1. Kalonkanın temperaturu °C 100
2. Buxarlandırıcının temperaturu °C 150
3. Qaz-daşıyıcının sürəti sm/dəq 30
4. Hidrogenin sürəti sm/dəq 30
5. Havanın sürəti 240-270+6. Nümunənin miqdarı, ml 3÷5

#### 92.4. Cihazın təyinatına hazırlanması

Xromatoqrafın montajı, sazlanması və işçi rejimə çıxarılması, cihaza əlavə edilən «xromatoqrafın montajı və istismarı təlimatı»na uyğun həyata keçirilir.

Analizi aparmaq üçün cihaz əvvəlcədən süni qarışıqla lazımı işçi rejimdə dərəcə edilir. Süni qarışıq mütləq dərəcə metodu ilə 10-20 ml tutumlu butulkalarda hazırlanır. Bunun üçün 0,05qram komponent nümunəsini mikroampula ilə götürüb, şüşə butulkaya yerləşdirib çalxalayır. Süni qarışığı həcmi metodla da hazırlamaq olar.

Bunun üçün balona mikroşprisın köməyi ilə komponentlərin müəyyən miqdarı daxil edilir.

Süni qarışıqda komponentlərin kütlə payı aşağıdakı formula ilə hesablanır.

$$C = \frac{V_1 \cdot a}{V_2}$$

- $C$  - süni qarışığın qatılığı;
- $V_1$  - komponentin həcmi, ml;
- $V_2$  - balonun (butulkanın) həcmi, ml;
- $a$  - komponentin xüsusi çəkisi

#### **Komponentlərin sıxlığı: $q/sm^3$**

Benzol - 0,879

Toluol - 0,8669

Etilbenzol- 0,866

Stirol - 0,906

Süni qarışığı 2-3 saat saxlayıb xromatoqrafik analiz edirlər və hər komponent üçün dərəcə əmsalını hesablayırlar. Dərəcə əmsali süni qarışığın ən azı 3 dəfə analizi əsasında müəyyən edilir. Əmsal sistemativ olaraq ayda 2 dəfə yoxlanılır, belə ki, o cihaz uzun müddət istismarda olduqda dəyişə bilər. Dərəcə əmsali göstərir ki, ilkin  $1sm^2$  sahəsinə verilən maddənin hansı miqdarı uyğundur. Bu formula ilə hesablanır:

$$K = \frac{C \cdot V}{S}$$

- $K$  - dərəcə əmsali,  $mq/m^3$ ;
- $C$  - süni qarışığın kütlə faizi ilə qatılığı;
- $V$  - cihaza vurulan analizin həcmi,  $m^3$ ;
- $S$  - pikin sahəsi,  $sm^2$ .

#### **92.4. Nümunənin götürülməsi**

Hava nümunəsi əl nasosunun köməyi ilə istehsalat binalarından təmiz quru qaz pipetə və ya şüşə şprisə (50-200 ml) toplanır.

#### **92.5. Təyinatın gedişi**

Nümunənin analizi dərəcələmə aparılan şəraitdə aparılır. Analiz üçün nümunə miqdarında şprisə götürülür.

Xromatoqramda karbohidrogenlərin çıxma sırası aşağıdakı kimidir:

1. benzol
2. toluol
3. etilbenzol
4. stirof

Hava nümunəsinin xromatoqrammasını çıxarır, onun kütlə qatılığını hesablayırlar.

$$C = \frac{S \cdot K \cdot 1000}{V}$$

*C* - kütlə qatılığı, mq/ℓ;

*S* - təyin edilən komponentin pikinin sahəsi, sm<sup>2</sup>;

*K* - dərəcə əmsali, mq/ℓ;

*V* verilən nümunə həcmi, litrlə.

Xromatoqramın kalonkası dəyişdirildikdə və ya cihazın iş şəraiti dəyişdikdə düzəliş əmsalları yenidən hesablanır.

Metodun həssaslığı (etilbenzol) 5 mq/ℓ

Təyinatın müddəti

TKF kalonkasında - 30 dəqiqə

PEQA kalonkasında - 30 dəqiqə

### **93. Suda sərbəst karbon turşularının təyini**

#### **93.1. Metodun mahiyyəti**

Metodika – suda həll olan sərbəst karbon turşularını təyin etmək üçün nəzərdə tutulur.

Metod – karbon turşularının, fenolfaleinin iştirakı ilə NaOH məhlulu ilə titrlənməsinə əsaslanır. Titrləmə dayanıqlı zəif-çəhrayı rəng əmələ gəlməsi ilə müəyyən edilən pH=8,3-8,4 – də qurtarmalıdır.

Reaksiyanın sonunu dəqiq müəyyən etmək çox asandır. Bu məqsədlə bir sıra hallarda təsdiq etmək üçün mineral standartdan istifadə edilir.

### **93.2 Mane olan təsirlər**

Bu metod cüzi rəngə malik və 1q/l mineral su üçün yararlıdır. Tədqiq olunan suda yüksək codluq və ya dəmir olduqda NaOH məhlulu ilə titirləmədən öncə 1ml siqnet duzu əlavə edirlər.

### **93.3. Avadanlıq və reaktivlər**

- Texniki laboratoriya tərəzisi
- Kolbalar 2-200-2 , DÜİST 1770-74
- Pipetlər 2-1-1, 2-1-2, 2-1-20, DÜİST 20292-74
- Silindirlər 1-100, DÜİST 20292-74
- Mikrobüret 6-2-10, DÜİST 20292-74
- NaOH, DÜİST 4328-71, 0,05N məhlul
- Fenolftalein, DÜİST 5850-72, 0,1%-li spirtdə məhlul
- Mineral standart; Əsas standart məhlulu hazırlamaq üçün 2 qram  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  və 2,01 qram  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  götürüb 200sm<sup>3</sup> töküb, azca distillə suyunda həll edib üzərinə 2 ml xlorid turşusu ( $d=1,19$ ) töküb, həcmi distillə suyu ilə cizgiyə çatdırırıq. İşçi məhlulu - əsas məhlulu 10 dəfə durulaşdırmaqla hazırlayırlar. Ölçü kolbasına (200ml) 20ml mineral əsas məhlul töküb, analiz olunan su ilə cizgiyə çatdırılır.
- Seqnet duzu (kalium-natrium çaxır turşusu  $\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), DÜİST 5845-79, 30%-li məhlul

### **93.4. Təyinatın gedişi**

2 ədəd 200ml-lik ölçü kolbası tədqiq olunan su ilə yaxalanır. Birinci kolbada yuxarıda göstərilən kimi işçi standart məhlul hazırlanır, ikinci kolbaya ehtiyatla sifonla tədqiq edilən sudan cizgi xəttinədək doldururlar. Sonra orya 2 ml fenolftalein məhlulu töküb, kolbanın ağzını tıxacla bağlayıb ehtiyatla qarışdırırlar (çalxalayır-lar). Əgər kolbada çəhrayı rəng yaranarsa, onda nümunədə karbon turşusu yoxdur. Əgər su rəngə boyanmırsa, onda nümunə NaOH ilə titirlənir. Əmələ gələn rəng 3-5 dəqiqə ərzində itməməlidir və bu rəngi işçi standart məhlulun rəngi ilə eyni olmalıdır. Belə olduqda titirləmə başa çatmış sayılır.

Təyinatı təkrar edirlər.

### 93.5. Nəticənin təhlili

Sərbəst karbon turşusunun (X) kütlə qatılığı ( $\text{mq/dm}^3$ ) bu düsturla hesablanır.

$$X = \frac{a \cdot N \cdot 44 \cdot 1000}{V}$$

- $a$  - titrləməyə sərf olunan NaOH-in həcmi,  $\text{sm}^3$ ;  
 $N$  - NaOH –in molyar qatılığı,  $\text{mol/dm}^3$ ;  
44 - ekvivalent molyar kütlə,  $\text{q/mol}^{\text{B}}$ ;  
 $V$  - tədqiq olunan nümunənin həcmi, ml.

## 94. Dövri və içməli sular da xloridlərin təyini

### 94.1. Metodun mahiyyəti

Metod – suda xloridlərin indiqator kimi difenilkarbazonla merkurimetrik titirlənməsinə əsaslanır.

### 94.2. Avadanlıq və reaktivlər.

- Nitrat turşusu , DÜİST 4461-77
- Civə-nitrat ( $\text{HgNO}_3$ ), sulu məhlul DÜİST 4520-68
- Difenilkarbazon, etil spirtində 1%-li məhlul
- Etil spirti rektifikatı, DÜİST 5952-67
- NaCl 0,1 mol/ml, DÜİST 6-092549-72
- Distillə suyu
- İndiqator damcılardan, DÜİST 25336-82
- Pipet dəsti, DÜİST 20292-74
- 10 $\text{sm}^3$  tutumlu büret, DÜİST 20292-74
- konik kolba (200-250), DÜİST 20292-74
- 100,1000 sm ölçü kolbaları, DÜİST 1770-74
- külsüz süzgəclər «ağ lent» TŞ 6-09-1678-77
- Ölçü silindrləri 50 və 100ml, DÜİST 1770
- Laboratoriya qıfı 70-90mm diametrli, DÜİST 25336-82

### 94.3. Məhlulun hazırlanması

16,7 qram  $\text{AgNO}_3$  1litr tutumlu ölçü kolbasında 50ml suda həll edib, üzərinə 2ml qatı nitrat turşusu əlavə edirlər.  $\text{AgNO}_3$  tam həll olduqdan sonra məhlulu su ilə cizgi xəttinə çatdıraraq tünd rəngli



şüşə qaba boşaldırlar. 1 gündən sonra məhlulun qatılığını təyin edirlər.

Bunun üçün konik kolbaya 100ml natrium xlorid məhlulu töküb, üzərinə 5ml nitrat turşusu, 10 damcı difenilkarbazon əlavə edib, 2 dəqiqə ərzində sarı rəng itməyən göy-bənövşəyi rəngə keçənə qədər  $\text{AgNO}_3$  məhlulu ilə titrləyirlər. Anoloji olaraq, 100ml distillə suyunu bütün reagentləri əlavə etməklə  $\text{AgNO}_3$  ilə titrləyirlər. Məhlulun düzəliş əmsalını aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$\Theta = \frac{V_1}{V_2 - V_x}$$

$V_1$  -  $\text{NaCl}$  məhlulun həcmi, ml

$V_2$  -  $\text{NaCl}$ -un  $\text{AgNO}_3$  məhlulunun həcmi, ml;

$V_x$  - distillə suyunun titrlənməsinə sərf olunan  $\text{AgNO}_3$  məhlulunun həcmi, ml.

#### 94.4. Nümunənin götürülməsi və analizə hazırlıq

Su nümunəsini təmiz, quru şüşə qaba götürüb, ağızını tıxacla möhkəm bağlayırlar. Nümunəni konservləşdirmirlər, sutka ərzində analiz edirlər. Tədqiq edilən suyu əvvəlcədən distillə suyunda isladılmış külsüz süzgecdən süzülür. Filtiratın ilk partiyası (20-30) atılır.

#### 94.5. Təyinatın gedişi

50-100ml süzülmüş suyu silindirlə kolbaya töküb, distillə suyu ilə 100ml-ə çatdırıb, üzərinə 5 ml nitrat turşusu, 10 damcı difenilkarbazon əlavə edib, sarı rəng 2 dəqiqə ərzində itməyən göy-bənövşəyi rəngə keçənədək  $\text{AgNO}_3$  məhlulu ilə titrlənir. Distillə suyunun üzərinə yuxarıda göstərilən ardıcılıqla reaktivlər əlavə edilir və  $\text{AgNO}_3$  ilə titrlənir.

$$\text{Cl}^- = \frac{(V_1 - V_2) \cdot F \cdot 35,5 \cdot 1000 \cdot \Theta}{V}$$

$V_1$  - işçi məhlulun titrlənməsinə sərf olunan  $\text{AgNO}_3$  məhlulun həcmi, ml;

$V_2$  - distillə suyunun titrlənməsinə sərf olunan  $\text{AgNO}_3$  məhlulu, ml;

$F$  -  $\text{NaCl}$  məhlulunun qatılığı;

$\Theta$  -  $\text{AgNO}_3$  məhlulunun düzəliş əmsalı;

- 35,5 - *Cl-un qram ekvivalenti*;  
*V* - *analizə götürələn süzölmüş suyun həcmi, ml.*

## 2.95. Qaz bacasında qazın həcmnin və sürətinin ölçülməsi

### 95.1. Üsulun mahiyyəti.

Bu üsuldan qaz bacasında qazın sürətini 4 m/san və daha çox olduqda ölçmək üçün istifadə olunur.

### 95.2. Ölçmə metodu

Pnevmetrik borucuğun və mikromanometrin köməyi ilə tam  $P_T$  və statik  $P$  təzyiqlər arasındakı fərqdən ibarət olan qazın dinamik  $P_D$  təzyiqi ölçürlər və qazın sürəti bu düsturla hesablanır.

$$\omega = \frac{\sqrt{2gP_D}}{\rho_t} \quad (1)$$

- $\omega$  - *qazın qaz bacasındakı sürəti*;  
 $P_D$  - *qazın verilmiş nöqtədə təzyiqi, mm su süt.*;  
 $g$  - *sərbəst düşmə təcili ( $g=9,81 \text{ m/san}^2$ )* ;  
 $\rho_t$  - *işçi şəraitdə qazın sıxlığı, kq/sm<sup>3</sup>.*

*Qazın dinamik təzyiqi bu düsturla hesablanır:*

$$p = B \cdot \varphi \cdot \Theta' \cdot \Theta \quad (2)$$

- $B$  - *miktomanometrin şkalasındakı göstəricisi, mm*;  
 $\varphi$  - *mikromanometrin ölçü bucağının meyl bucağından asılı əmsal*;  
 $\Theta$  - *pnevmetrik borucuğun əmsalı*;  
 $\Theta'$  - *spirtin faktiki sıxlığına düzəliş əmsalı*

$$\Theta' = \frac{\gamma_M}{\gamma_\varepsilon}$$

- $\gamma_M$  *manometrde mayenin sıxlığı*.  
 $\gamma_\varepsilon$  *mikromanometr üçün spirtin sıxlığı*;

*İşçi şəraitdə qazın sıxlığı bu düstur ilə təyin edilir:*

$$\rho_t = 0,359 \rho_0 \frac{P + \Delta P}{273 + t} \quad (3)$$

- $\rho_0$  - işçi şəraitdə qazın sıxlığı;  
 $\Delta P$  - qaz bacasındakı qazın izafə təzyiqi, mm.civ.süt.;  
 $P$  - atm.təzyiqi mm.civə.süt.;  
 $t$  - qazın qaz bacasındakı temperaturu, °C.

İşçi şəraitdə qazın sıxlığını bu düsturla hesablayırlar:

$$\rho_0 = \frac{1}{1000} \left( \frac{a \cdot m_1}{22,4} + \frac{b \cdot m^2}{22,4} + \dots + \frac{k \cdot m_n}{22,4} \right) \quad (4)$$

- $m_1, m_2, m_n$  - qaz qarışığı komponentlərinin mol kütlə qiyməti,;  
 $a, b, k$  - qaz komponentlərinin qatılığı;  
 $22,4$  - normal şəraitdə mol həcmi

Əgər normal şəraitdə ayrı-ayrı komponentlərin sıxlıq qiyməti məlumdursa, onda qarışıq aşağıdakı düsturla hesablanır:

$$\rho_0 = \frac{a \cdot \gamma_{01} + b \gamma_{02} + \dots + \gamma_{0n}}{100} \quad (5)$$

Tüstü qazlarının sıxlığı havanın sıxlığına bərabər götürülür ( $\rho_0 = 1,29 \text{ kq/m}^3$ ).

Məlumdur ki, qaz bacasının en kəsiyinin müxtəlif nöqtələrində qazın sürəti eyni deyil, onda qaz bacasının en kəsiyi boyunca sürətin paylanma əmsalını əvvəlcədən təyin etmək lazımdır ki, bu da qaz bacasında qazın orta sürətini, ox boyunca sürətə olan nisbətindən ibarətdir.

$$A_{or} = \frac{\omega_{or}}{\omega_{ox}} \quad (6)$$

Dəyirmi qaz bacasında sürəti təyin etmək üçün onu şərti olaraq bir neçə konsentrik halqalara bölürlər. Sürəti eyni vaxtda qazın en kəsiyi nöqtəsində və ox boyunca tapırlar. Qazbacasında qazın sürəti bu düsturla hesablanır.

$$\omega_p = \frac{1}{n} (\omega_{x1} + \omega_{x2} + \dots + \omega_{xn}) \quad (7)$$

$n$  - həlqələrin sayı;  
 $\omega_{x1}, \omega_{x2}, \omega_{xn}$  - bu həlqələrdə qazın sürəti, m/san.

Təcrübədə hesabı qısaltmaq üçün qaz bacasında orta sürəti təyin edərək bu nisbətdən istifadə etmək məsləhət görülür.

$$a_1 = \frac{\omega_{x1}}{\omega_{01}} \sqrt{\frac{P_{x1}}{P_{01}}}; \quad (8)$$

$$a_2 = \frac{\omega_{x2}}{\omega_{02}} \sqrt{\frac{P_{x2}}{P_{02}}}; \quad (9)$$

$P_{x1}, P_{x2}$  - qaz bacasının en kəsiyinin müvafiq nöqtələrində ölçülmüş dinamik təzyiq, mm.su.sütunu;  
 $P_{01}, P_{02}$  - qaz bacasının oxu üzrə ölçülmüş dinamik təzyiq, mm.su.sütunu;  
 $n$  - ölçülmüş nöqtələrin sayı.

Eyni vaxtda ölçmələr zamanı eyni əmsalı pnevmometrik borudan, eyni tipli mikromanometrədən istifadə etmək lazımdır.

Ölçmə nöqtələrində dinamik təzyiq bu düsturla hesablanır:

$$D_x = D \sqrt{\frac{2x-1}{2}} \quad (10)$$

$D$  - ölçmə nöqtələri olan qaz bacasının diametri;  
 $x$  - həlqənin sıra nömrəsi.

Qaz bacasının en kəsiyinin bölündüyü həlqələrin sayı, en kəsiyi boyunca qazın sürətinin paylanması xassəsindən asılıdır. Sürətin paylanmasının simmetrikliliyi və bərabərliyi azaldıqca həmçinin qaz bacasının diametri artdıqca həlqələrin sayı artmalıdır.

Borunun diametrinin və həlqənin sayının aşağıdakı nisbətində kifayət qədər düzgün nəticə almaq olar.

Cədvəl 1.1

Borunun diametri, mm	200	200-400	400-600	600-800	800-1000	1000
Həlqənin sayı	3	4	5	6	8	10

Qaz bacasının daxili divarından hər həlqənin ölçmə nöqtəsinə qədər olan məsafə aşağıdakı tənliklə təyin edilir:

$$L_1 = \frac{D}{2} \left( 1 - \sqrt{\frac{2x-1}{n}} \right) \quad (11)$$

$$L_2 = \frac{D}{2} \left( 1 - \sqrt{\frac{2x-1}{n}} \right) \quad (12)$$

Burada:

- $L$  - qaz bacasının daxili divarından verilən həlqələrin ən yaxın və ən uzaq ölçü nöqtəsindəki məsafə;  
 $x$  - həlqənin sıra nömrəsi.

Ölçmə nöqtəsinə qədər olan məsafənin hesablanmasını asanlaşdırmaq üçün cədvəl 1.1-dən istifadə olunur.

Qaz bacasında sürət sahəsini təyin etdikdə, eyni vaxtda qaz axınının temperaturu, statik təzyiq, atmosfer təzyiqini ölçürlər.

Əgər qaz bacası düzbucaqlı kəsiyə malikdirsə, qaz bacasının divarı paralel xətlərlə bölünür. Hər düzbucaqlının tərəfi 150-200mm təşkil etməlidir. Ölçmə eyni vaxtda iki nöqtədə aparılır: qaz bacasının verilmiş kəsiyində və onun oxunun parakəsiyində. Ölçmə nöqtələrin minimal sayı- hər istiqamətdə üçdür. Zaman vahidi ərzində qaz bacasından keçən qazın miqdarı bu düsturla hesablanır:

$$V_0 = 3600\omega_{or}F = 3600\omega_{ox}F \quad (13)$$

- $V$  - işçi şəraitdə qaz sərfinin həcmi,  $m^3/san$ ;  
 $\omega_0$  - qaz bacasının mərkəzində qazın sürəti,  $m/s$ ;  
 $F$  - qaz bacasının en kəsik sahəsi.

Bir çox hallarda qazın həcmnin normal şəraitə gətirmək lazımdır.

$$V_0 = 0,36 \frac{V(P \pm \Delta P)}{273 + t} \quad (14)$$

Bütün qaydalara riayət etdikdə ölçü xətası  $\pm 5\%$  olur.

### 95.3. Ölçmə vasitələri:

- Pnevmatik borucuq
- Mikromanometrələr DÜST 11161-84
- U-şəkilli manometr
- Laboratoriya termometrii, DÜST 915-73E
- Barometr – aneroid, bölgü qiyməti 1mm.civə.süt.
- Ümumi təyinatlı aerometrələr, DÜST 18431-81E
- Etil spirti, DÜST 18900-72, 0,8095  $\rho = 0,8095$  suda məhlul
- Rezin borucuq,  $\varnothing 5-8$ mm

### 95.4. Təyinat hazırlıq və onun aparılması

Qaz bacalarında qazın sürətini ölçmək üçün yer seçəndə aşağıdakı şərtlərə əməl etmək lazımdır.

Ölçmə müəyyən edilmiş qaz axınında aparılır; ölçmə üçün yer qaz bacasının düzxətt sahəsində seçilir. Qaz bacasının ölçmə üçün seçilmiş sahəsində açılan qapaqlı 40-50mm uzunluqlu metal boruya ştuser qaynaq edirlər. Ştuserdən 30-70mm yuxarıda diametri 10mm, uzunluğu 1 metr əlvan metal boru qaynaq edirlər. Ştuser işləməyən vaxtı bağlı olmalıdır.

1,6m-dən az diametrli dəyirmi qaz bacasının 2 ştuseri qaynaq edirlər. Düzbucaqlı qaz bacasında ştuseri qaz bacasının divarının hər hansı bir tərəfinə qaynaq edirlər. Spirtin sıxlığını aerometrle yoxlayırlar. Qaz bacasının en kəsiyi boyunca sürətin paylanma əmsalını tapmaq üçün sahələri bərabər hissələrə bölürlər.

Pnevmetrik borucuğun birini qaz bacasına bənd edirlər. Qaynaq edilmiş əlvan boruya xətkəş qoyurlar. Boruda verilmiş dərinliyi müəyyən etmək üçün qaz bacasında xətkəşin bölgülərinə uyğun işarə qoymaq lazımdır. Digər borucuq qaz bacasının mərkəzində dinamik təzyiqli ölçmək üçün qaz bacasına qoyurlar. Pnevmetrik borucuğun ucları qaz axınına doğru yönəlməlidir.

Pnevmetrik borucuq rezin şlanqlı MMN-20 tipli mikromanometrle birləşdirilir. Tam təzyiqli şlanq «+» işarəli mano-

metrlərin ştuserinə, statik təzyiqli şlanqı isə «-» işarəli ştuserə birləşdirirlər.

Sxemin kipliyini yoxlamaq üçün sistemdə 100-250 mm. su. sütunu təzyiq yaradıb, pnevmetrik borucuğun ölçü dəşiklərini bağlayırlar. Əgər sistem hermetikdirsə, mikromanometrə spirt məhlulunun təzyiqi enmir.

Pnevmetrik borucuğun birini qaz bacasının mərkəzindən 3-10sm məsafədə yerləşdirirlər. Digər pnevmetrik borucuğu qaz bacasının diametri boyunca əvvəlsə yaxın divardan uzağa, sonra isə əksinə hər ölçmə nöqtəsində saxlayaraq yerini dəyişirlər. Ölçməni eyni vaxtda aparırlar. Manometrin göstəricisini jurnalda qeyd edirlər. Qazın ikinci dəfə təzyiqinin ölçülməsi bioloji yerinə yetirdi. Hər nöqtədəki ölçmələrin nəticələri 15%-dən çox fərqlənməməlidir. Eyni vaxtda ölçməni apardıqda qazın temperaturunu və qaz bacasının açılmasını ölçmək lazımdır, atmosfer təzyiqini qeyd edirlər. Bütün ölçmələrin nəticələrini jurnalda qeyd edirlər.

Qaz bacasının ölçü sahələrində pnevmetrik borucuğu onun mərkəzində, termometri və U-şəkilli manometri ilə uyğun yerləşdirirlər. Pnevmetrik borucuğu mikromanometrə rezin şlanqla birləşdirirlər. Cihazın hermetikliyini yoxlayırlar.

Ölçməni 20 dəqiqə ərzində 3-5 dəqiqə aparıb, nəticəni araşdırırlar.

### **95.5. Ölçmə nəticələrinin təhlili**

Ölçmə nöqtələrində qazın dinamik təzyiqini (2) düstur ilə hesablayırlar. Qaz bacasında qazın sıxlığı normal şəraitdə (4) düstur ilə, işçi şəraitdə isə (3) düsturu ilə təyin edilir. Dinamik təzyiqi ölçmə nöqtələri də 10 düstur ilə təyin edirlər. Qaz bacasında sürətin paylanma əmsalı (8)-(9) düsturu ilə hesablanır. Qaz bacasının mərkəzində qazın sürəti (1) düsturu ilə təyin edilir. İşçi şəraitdə qaz bacasından keçən qazın həcmi (13) düsturu ilə, normal şəraitdə (14) düsturu ilə təyin edilir.

Qaz bacasında qazın həcmi və sürətini ölçdükdə maksimal xəta  $\pm 10\%$ -dən çox olmamalıdır.

## 96. Asetilen-azot oksid ( $N_2O$ ) alovundan istifadəsi ilə alüminiumun, bariyumun, beriliumun, molibdenin və vanadiumun təyini

### 96.1. Metodun mahiyyəti

Bu tipli təyində cihazda xüsusi kran olmalıdır, onu çevirməklə növbə ilə hava və azot oksidini sürətlə (tez) vermək olar.

Əvvəl parlaq-sarı hava-asetilen alovu alınır, sonra kranı çevirərək havanı azot oksidi ilə əvəz edirlər, alov çəhrayı-qırmızı olur. Əgər bu alınmasa, onda yanacağın axımını elə tənzimləyirlər ki, alovda qırmızı koks əmələ gəlsin.

Bu təyinlər üçün odluğun yarığının uzunluğu 5sm olmalıdır və elə düzəldilməlidir ki, onun səthində alınan kömür közünün vaxtaşırı (işin hər 20 dəqiqəsindən sonra) götürülməsi mümkün olsun.

### 96.2. Reaktivlər

Əvvəlki bölmədə göstərilənlərdən başqa, azot oksidli balon (I) və aşağıda göstərilən reaktivlər tələb olunur.

Natrium xlorid məhlulu. (bariumun təyində istifadə olunur)

250q NaCl distillə suyunda həll edirlər və 1000ml qədər durulaşdırırlar.

Metalların standart məhlulları. 1 litrin tərkibində 1,5ml qatı  $HNO_3$  olan distillə suyu ilə müxtəlif metalların ehtiyat məhlulların uyğun durulaşdırılması ilə qatılıqdarı 0,5mqq/l-dən 1000mqq/l qədər olan standart məhlulların seriyalarını hazırlayırlar.

### 96.3. Duzların ehtiyat məhlulları

Alüminium. 1,000qram metallik alüminiumu ehtiyatla qızdıraraq 20ml qatı HCl-da həll edirlər və distillə suyu ilə 1000ml qədər durulaşdırırlar (I-ci üsul). 17,5817q  $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$  -nu 200ml distillə suyunda həll edib, 1,5ml qatı  $HNO_3$  əlavə edirlər və 1000ml distillə suyu ilə durulaşdırırlar (II üsul). Hər iki məhlulun 1,00ml-in tərkibində Al miqdarı 1,00 mq-dır.

Barium. 1,7787q  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  təxminən 200ml distillə suyunda həll edirlər, 1,5ml qatı  $HNO_3$  əlavə edib 1000 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alman məhlulun 1,00ml-də Ba miqdarı 1,00mq-dır.



Berilium. 20,7551q  $\text{Be}(\text{NO}_3)_2$  təxminən 200 ml distillə suyunda həll edirlər. 1,5ml qatı  $\text{HNO}_3$  əlavə edib 1000 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1 ml-də Be miqdarı 1,00 mq-dır.

Vanadium. 2,2963qram  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  təxminən 800 ml distillə suyunda həll edirlər, 10ml qatı  $\text{HNO}_3$  əlavə edib, 1000 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1ml-də vannadiumun miqdarı 1,00mq-dır.

Molibden. 0,25qram metallik toz halında molibdeni soyuqda 30ml 10%-li hidrogen peroksiddə həll edirlər. Sonra  $\text{H}_2\text{O}_2$ -nin artığını dağıtmaq üçün qızdırırlar, soyudurlar və 250 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1,00 ml-də molibdenin miqdarı 1,00mq-dır.

#### **96.4. Təyinatın gedişi**

Azot oksidi ilə işləmək üçün təyin edilmiş cihazın xüsusiyyətlərini nəzərə alaraq, dərəcəli qrafikini və nümunənin analizini 2.1.2. bölmədə göstərilən kimi aparırlar.

### **97. Dəmirin, kadmiumun, kalsiumun, kobaltın, maqneziumun, manqanın, misin, nikelin, qurğuşunun, gümüşün, xromun və sinkin birbaşa təyini**

#### **97.1. Metodun mahiyyəti**

Bir-bir adları sayılan metalların birbaşa təyini onların qatılığı 100 mkq/l -dən çox olmadıqda mümkündür.

Duru məhlulları analiz etmək lazım olduqda, çox hallarda nitrat turşusu ilə turşulaşdırmasından sonra məhlulun buxarlanması kifayətdir, lakin çox duru məhlulların analizində ya da təyinin həssaslığının yüksəldilməsinin zərurəti olduqda, əvvəlcədən ekstraksiya ilə metalların ayrılması məsləhət görülür.

Çirkab suların analizində çox vaxt nümunənin durulaşması tələb olunur.

#### **97.2. Reaktivlər**

Yanacaq qazları – asetilen, propan, hidrogen. Reduktorlarla təhciz olunmuş satılma balonlardan istifadə etmək olar.

Hava. Filtirdən keçirməklə və qurutmaqla kənar maddələrdən ayrılmalıdır.

Deionizasiya olunmuş distillə suyu. Bütün reaktivlərin və dərəcələnməmiş standart məhlulların hazırlanmasında və nümunəni durulaşdırıqda ondan istifadə olunur.

Xlorid turşusu, qatı.

Məhlulların standart məhlulları. 1 litrnin tərkibində 1,5ml qatı  $\text{HNO}_3$  olan distillə suyu ilə müxtəlif metalların duzlarının ehtiyat məhlulların uyğun durulaşması ilə qatılıqları 5 mkq/l-dən 1000 mkq/l-ə qədər olan standart məhlulların seriyaları hazırlanır.

Duzların ehtiyat məhlulları.

Dəmir. 1,000q dəmir məftili 50 ml durulaşdırılmış (1:1)  $\text{HNO}_3$ -də həll edirlər və distillə suyu ilə 1000ml-ə qədər durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Fe miqdarı 1,00mq-dır.

Kadmium. 1,000q metallik kadmiumu durulaşdırılmış (1:1)  $\text{HCl}$  -run mineral həcmində həll edirlər və distillə suyu ilə 1000ml-ə qədər durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00 ml-in tərkibində Cd miqdarı 1,00mq-dır.

Kalsium. 2,4973 kolbaya yerləşdirib, üzərinə 50ml distillə suyu əlavə edirlər və tam həll olana kimi damcı-damcı qatı  $\text{HNO}_3$ -ün minimal həcmi daxil edirlər (təxminən cəmi 10ml). 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Ca miqdarı 1,00mq-dır.

Kobalt. 1,4072qram  $\text{Co}_2\text{O}_3$  20 ml qaynar  $\text{HNO}_3$  həll edib, soyudurlar və 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Co miqdarı 1,00mq-dır.

Maqnezium. 10,1407qram  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  200ml distillə suyunda həll edirlər, 1,5ml qatı  $\text{HNO}_3$  əlavə edirlər və 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Mg miqdarı 1,00mq-dır.

Mangan. 1,3882qram  $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  təxminən 200ml distillə suyunda həll edirlər, 1,5ml qatı  $\text{HNO}_3$  əlavə edirlər və 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Mn miqdarı 1,00mq-dır.

Mis. 1,000q metallik misi 15ml durulaşdırılmış (1:1)  $\text{HNO}_3$ -də həll edib, 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Cu miqdarı 1,00mq-dır.

Nikel. 4,9540qram  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  təxminən 200ml distillə suyunda həll edirlər, 1,5ml qatı  $\text{HNO}_3$  əlavə edirlər və 1000ml-ə qədər distillə

suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Ni miqdarı 1,00q-dır.

Qurğusun. 1,5985qram  $Pb(NO_3)_2$  təxminən 200ml distillə suyunda həll edirlər. 1,5ml qatı  $HNO_3$  əlavə edirlər və 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Pb miqdarı 1,00mq-dır.

Gümüş. 1,5748qram  $AgNO_3$  distillə suyunda həll edirlər, 1,5ml qatı  $HNO_3$  əlavə edirlər və 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Ag miqdarı 1,00mq-dır.

Xrom. 2,8289q  $K_2Cr_2O_7$  200ml distillə suyunda həll edirlər, 1,5ml qatı  $HNO_3$  əlavə edirlər və 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1,00ml-in tərkibində Cr miqdarı 1,00mq-dır.

Sink. 1,000q metallik sinki 20ml durulaşdırılmış (1:1) HCl-da həll edirlər və 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1ml-in tərkibində Zn miqdarı 1,00mq-dır.

Maqneziumun və kalsiumun təyində lantan duzunun məhlulu tələb olunur, dəmirin və manqanın təyində isə kalsium xloridin məhlulu.

Lantan duzunun məhlulu. 58,65qram lantan oksidi 250ml qatı HCl-da həll edirlər, tam həll olunana qədər turşunu yavaş-yavaş tökürlər və distillə suyu ilə 1000ml-ə qədər durulaşdırırlar.

Kalsium xlorid məhlulu. 0,630qram  $CaCO_3$  10ml qatı HCl-da həll edirlər. 200ml distillə suyu əlavə edirlər və lazım olsa həll olması üçün qızdırırlar. Soyuduqdan sonra 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar.

### **97.3. Təyinatın gedişi**

Atomlu-absorbsionlu spektrofotometriya (AAS) cihazları təlimata və onlarda iş metodikasına görə fərqlənirlər, bunun üçün də cihaza əlavə olunan təlimata dəqiq riayət etmək lazımdır.

Tələb olunan elementin müəyyənliyi üçün təyin edilmiş içi boş katod lampasını taxırlar və elementin müəyyəni üçün göstərilən dalğa uzunluğuna qoyurlar. Təxmini göstəricilərə yaxın sahədə nisbət-ləri ölçərək yanacaq qazın və oksidləşdirici qazın optimal (ən münasib) nisbətlerini təyin edirlər və yoxlayıcı təcrübənin minimal udulması ilə təyin olunan elementin maksimal udulmasının nisbətini qeyd edirlər.

Nümunənin vurulması andan tarazlıq vəziyyəti alınana qədər keçən vaxtı təyin edirlər. Yarığın (şelin) optimal eninini tapırlar, olduğu şaquli istiqamətdə yerini dəyişərək standart məhlulun maksimal absorpsiyasını aydınlaşdırmaqla, odluğun üstündəki optik oxun optimal hündürlüyünü təyin edirlər. Dərəcəli qrafikini qurmaq üçün odluğun alovuna təyin olunan elementin miqdarı minimal olan məhluldan başlayaraq, növbə ilə standart məhlulları daxil edirlər. Analiz olunan məhlulda gözlənilən qatılıqlarına yaxın standart məhlulu daxil etməklə, dörd qatılıqdan az olmayan məhlulları odluğun alovuna daxil edirlər. Hər ölçünü iki dəfədən az olmayaraq aparırlar və qrafiki qurduqda orta qiyməti götürürlər.

Dəmir və manqanın təyininə dərəcələnməmiş standart məhlulların (sonra da analiz olunan məhlulun) 100ml-nə 25ml kalsium duzunun məhlulunu əlavə edirlər, maqnezium və kalsiumun təyininə isə 100ml məhlula 25ml lantan duzunun məhlulunu əlavə edirlər.

Cihazı əvvəlcədən 1 litrdə 1,5ml qatı  $\text{HNO}_3$  olan deinozasiya olunmuş distillə suyu ilə yuyurlar və sonra analiz olunan məhlulun absorpsiyasını standart məhlulların absorpsiyası kimi ölçürlər.

AAS metodu ilə metalların təyinin şərtləri.

*Cədvəl 1.*

Metal	Dalğanın uzunluğu	yanacaq qazı	oksidləşdirici qaz	metal	dalğa uzunluğu	yanacaq qazı	Oksidləşdirici qaz
Ag	328,1	asetilen	hava	Hg	253,7	Alovsuz AAS	
Al	309,3	asetilen	azot oksidi ( $\text{N}_2\text{O}$ )	Mg	285,2	asetilen	hava
As	193,7	hidrogen	hava+a r qon	Mn	279,5	asetilen	hava
Ba	553,6	asetilen	azot oksidi ( $\text{N}_2\text{O}$ )	Mo	313,3	asetilen	azot oksidi ( $\text{N}_2\text{O}$ )
Be	234,9	asetilen	eyni	Ni	232,0	asetilen	hava

Ca	422,7	asetilen	hava	Pb	283,3	asetilen	hava
Cd	228,8	asetilen	hava	Se	196,0	hidrogen	hava + arqon
Co	240,7	asetilen	hava	V	318,4	asetilen	azot oksidi (N <sub>2</sub> O)
Cr	357,9	asetilen	hava	Zn	213,9	asetilen	hava
Cu	324,7	asetilen	hava				
Fe	248,3	asetilen	hava				

Təyinin nəticələrinin hesabatı fotometrik təyininin hesabatı ilə eynidir.

### 98. Nümunədə qatılıqları çox az olan metalların təyini

Çirkab suların analizində əksər hallarda 2.1.2. və 2.1.3. bölmələrində təsvir olunmuş metodlar kifayət qədər həsas olurlar, lakin hərdən olduqca az qatılıqda metalları (qurğuşun, kadmium) təyin etmək lazım olur.

O zaman analiz olunan məhlulu əvvəlcədən qatılaşdırmaq lazımdır. Bunu çox üsullarla etmək olar.

Bu üsullardan aşağıdakılar var:

1. Nitrat turşusu ilə turşulaşdırıldıqdan sonra məhlulun buxarlanması ən sadə və çox vaxt aparılmayan effektiv üsuldür. Bu üsulla 10-20 dəfədən çox asanlıqla qatılaşdırmaq olar. Analiz olunan suda buxarlanma zamanı çöküntü verən kənar duzların yüksək miqdarda olması, çətinliklər törədir. Metasilikat turşusu və silikatlar çökə bilər.

2. Ekstraksiya yolu ilə qatılma, nəticədə metalları onların daxili kompleks birləşmələrinə keçirirlər və sonra onları uyğun gələn üzvi həlledici ilə çıxarırlar. Ekstraktı ayırırlar və analiz edirlər. Çox vaxt bir metallı yox, metalların qrupunu çıxarırlar.

Aşağıda göstərilən kompleks əmələgətirici-ekstagent cütlüklərindən istifadə olunur: natrium dietilditiokarbaminat + xloroform; ammonium pirrolidinditiokarbaminat + metilizobutilketon; 8 hidro-

ksixinolin + metilizobutil keton; ditizon + xloroform; dietilditiokarbaminat + 8-hidroksixinolin + xloroform, ammonium pirrolidinditiokarbaminat + ditizon + xloroform; hidroksixinolin + ditizon + tsikloheksanon; ammonium N – tetrametilenditiokarbamat + metilizobutilketon və s.

Alınan ekstraktın sonrakı işləməsi müxtəlif üsullarla ola bilər:

a) bir dəfəli ekstraksiya apardıqdan sonra ekstraktın bilavasitə odluğun alovuna daxil edilməsi.

b) dəfələrlə ekstraksiya, həlledicini quruyana qədər qovulması, çöküntünün hidrogen xloridin müəyyən miqdarında həll olunması və alınan məhlulun odluğa daxil olunması.

v) yəni ilə, lakin çöküntünün közərdilməsi ilə.

q) kompleks birləşmələrin ekstrogentdən turşulu su məhluluna ekstraksiyası və alınan sulu məhlulun odluğa daxil edilməsi.

3. Çökmə ilə qatılaşıdırma. Tərkibində çox az qatılıqda olan metalların təyində ekstraksiya əvəzinə üzvi kollektorlarla birgə çökmədən istifadə olunması məqsədə uyğundur. Onda analiz üçün çirkab suyun böyük həcmi götürmək olar.

Alınan çöküntünü ya külləşdirib turşuda həll edirlər, ya da ki, çöküntünü həll edə bilən həlledicinin az miqdarında həll edirlər və alınan məhlulu odluğa daxil edirlər. Belə qatılma nümunəsi kimi  $\alpha$ -nitrozo – $\beta$ -nafolun istifadəsi ilə birgə çökməni göstərmək olar.

### 99. Aloysuz metolda civənin təyini

Bu metod ona əsaslanır ki, güclü reduksiyaedici [qalay (II) xlorid, hidrozin və s.] təsirindən civə məhlulunda elementar hala qədər reduksiya olunur. Sonra onu hava ilə üfürüb çıxartmaq və qaz halında adi temperaturda atom absorpsiyasını ölçmək olar. Ölçünü xüsusi cihazda  $\lambda=253,7\text{nm}$ -də aparırlar. Metodun həssaslığı böyükdür-0,2-dən  $10\text{mkq/l}$  qədər. Metoddan təbii suların analizində istifadə olunur.

### 100. Alovlu-emissiya spektrometriya

[alovlu fotometriya, alovun fotometriyası]

Atom-emissiya spektrometriyada analiz metodlarına əsasən atomların həyəcanlandırılmasının üsuluna görə fərqləndirirlər. Alovun temperaturu nisbətən aşağıdır və bu metodu əsasən

atomları asan həyəcanlanan litium, natrium, kalium və stronsiumun təyində istifadə edirlər.

### **100.1. Metodun mahiyyəti**

Tədqiq olunan məhlulu aerosol halında qaz qarışığı (hava-propan, hava-asetilen) ilə işləyən odluğun alovuna daxil edirlər. Havanın və yanacaq qazının təzyiqləri sabit saxlanır. Alovda metalların atomları həyəcanlanırlar və həyəcanlı haldan normal hala keçdikdə müəyyən dalğa uzunluğunda işıq buraxırlar (saçırlar). Emissiya spektorundan monoxromatorla (sadə cihazlarda işıq filtirlərlə) təyin olunan metalların xarakterik xətləri ayrılır. Natriumu təyin etmək üçün  $\lambda=589\text{nm}$ , kalium üçün  $\lambda=768\text{nm}$ , litiumun  $\lambda=671\text{nm}$ , stronsium  $\lambda=460,7\text{nm}$ . Bu xətlərin intensivliyinə görə nümunədə təyin olunan elementlərin qatılıqlarına görə mühakimə yürüdürlər, bunun üçündə bu metalların duzlarının standart məhlullarına görə dərəcəli qrafikləri qururlar. Təyinin həssaslığı çox yüksəkdir (0,1mq/l az), metodun nisbi xətası çox azdır.

### **100.2. Mane olan maddələr**

Ca : Na və Ca : K nisbəti 10-dan çox olduqda kalsiumun təyində mane olur.

Na : K  $\geq 5$  nisbətində kaliumun təyində natrium mane olur və əksinə K : Na  $\geq 5$  nisbətində natrium təyində kalium mane olur. Mane olan təsirləri aradan qaldırmaq üçün bir neçə üsul var:

1) Mane olan elementin (Na təyində K, K təyində Na, qələvi metalların təyində Ca) miqdarını təyin olunan elementin miqdarından əvvəl tapırlar və dərəcəli qrafikini qurduqda standart məhlullara mane olan elementlərin uyğun miqdarlarını əlavə edirlər.

2) 50ml analiz olunan standart məhluluna 5ml spektroskopik bufer məhlulu [50q CrCl və 250q Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O 1 litrdə] daxil edirlər;

3) Ca, Ba və Sr mane təsirlərini kənarlaşdırmaq üçün 50ml məhlulu 5ml Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(5q/l) və Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (10q/l) qarışıqların məhlulunu əlavə edirlər;

4) analiz olunan məhlula təyin olunan ionu məlum miqdarını daxil etmək olar və bu əlavə ilə məhlulun emissiyasını təyin edilir.

Əgər milliqram bu iondan daxil olunubsa və analiz olunan məhlulun əlavə ilə və əlavəsiz emisiyaları  $\dot{I}_x$  və  $\dot{I}_{x+a}$  bərabərdir, onda nümunədə təyin olunan metalın miqdarı (X) olacaq:

$$X = \dot{I}_x + \dot{I}_{x+a}$$

Üzvi maddələrin çoxu yüksək temperaturda pulverizatorun diskələrini bağlayaraq maneçilik törədirlər.

### **100.3. Reaktivlər**

Əsas standart məhlulları.

Natrium xlorid. 2,5421qram 105°C qurudulmuş k.t. NaCl distillə suyunda həll edirlər və 1000ml qədər su ilə durulaşdırırlar. Bu məhlulun 1,00ml-də Na miqdarı 1,00 mq-dır.

Kalium xlorid. 1,9068qram 105°C qurudulmuş k.t. KCl distillə suyunda həll edib, 1000ml-ə qədər su ilə durulaşdırırlar. Bu məhlulun 1,00ml-in tərkibində kaliumun miqdarı 1,00mq-dır.

Litium xlorid. 6,1077qram 105°C qurudulmuş LiCl distillə suyunda həll edib, 1000ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Bu məhlulun 1,00ml-də litiumun miqdarı 1,00mq-dır. Duzun hidroskopluğu çox olduğuna görə quruduqdan sonra duzu tez çəkmək lazımdır.

Stronsium xlorid. 3,0429qram k.t.  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  distillə suyunda həll edirlər və 1000ml-ə qədər su ilə durulaşdırırlar. Stronsium karbonatdanda istifadə etmək olar. 500ml həcmli konusvari kolbaya 1,6849qram  $\text{SrCO}_3$  yerləşdirilir.

Qıf vasitəsi ilə kiçik porsiyalarla duz tam həll olunana qədər durulaşdırılmış (1:1) HCl əlavə edirlər. Sonra 200ml distillə suyu töküüb  $\text{CO}_2$  kənarlaşdırmaq üçün bir neçə dəqiqə qaynadırlar, soyudurlar, bir neçə damcı metil qırmızı indiqatorunu əlavə edib damcı-damcı 3N  $\text{NH}_4\text{OH}$  məhlulu ya durulaşdırılmış (1:1) HCl indiqatorun rəngi dəyişənə qədər əlavə edirlər. Sonra məhlulu miqdarca (dəqiq) 1000ml həcmli ölçü kolbasına keçirib, həcmi distillə suyu ilə cizgiyə qədər çatdırırlar. Bu ya başqa yolla alınan məhlulun 1,00ml tərkibində stronsiumun miqdarı 1,00mq-dır.



İşçi standart məhlulları. Əsas standart məhlullardan 10, 20, 30, 40, 50 mq/ℓ qatılıqlı işçi standart məhlullarını hazırlayırlar.

#### ***100.4. Təyinatın gedişi***

Əvvəl cihazı işə hazırlayırlar. Bunun üçün hava və qaz axınına elə tənzimləyirlər ki, alov böyük, sakit və rəngsiz olsun. Alovun orta hissəsi odluğun yarığının səviyyəsində olmalıdır. Sonra kapilyar borunun açıq ucunu distillə suyu olan stəkana salırlar və cihazın göstəricisini sıfıra gətirirlər. Distillə suyu ilə stəkanın əvəzinə minimal qatılıqdan başlayaraq bu və digər metalların duzlarının standart məhlulları ilə stəkanları qoyaraq, dərəcəli qrafikini qurmaq üçün göstəricilər alırlar. Tələb olunan dalğa uzunluğunda hər bir metal üçün qrafik qururlar. Mane olan təsirlər olduqda standart məhlulları yuxarıda göstərilən korreksiya əlavələri daxil edirlər.

Hər bir nümunənin analizindən sonra pulverizatoru eyni nümunənin kiçik miqdarları ilə yuyurlar.

### **101. Membran filtirdən süzməklə təyin etmə**

#### ***101.1. Cihazlar.***

Süzmək üçün cihaz. Membran filtirdən süzülmək üçün çox saylı müxtəlif cihazlar var ki, bunlardan da Olixov cihazı çox əlverişlidir. Bu cihaz hər bir laboratoriyada asan yığıla bilər. Şüşə boru öz yuvasında möhkəm bərkidilib (məsələn, əridilmiş kükürdün köməyi ilə). Olixov cihazından başqa, şüşə boru əvəzinə metal borulu Zeyts cihazından istifadə etmək olar.

№6-li membran filtirləri, ilkin filtirlər. Məsələrdə olan havanı kənarlaşdırmaq üçün filtirləri 5-10 dəqiqə distillə suyunda qaynadırlar. Qaynamanı 2-3 dəfə aparırlar və hər dəfə suyu boşaldaraq, təzə su ilə əvəz edirlər, sonra filtirləri 60°C-də 1 saat müddətində quruducu dolabda qurudurlar.

#### ***101.2. Təyinatın gedişi.***

Qabadispers qarışıqların miqdarı 60°C-də quruducu dolabda qurudulmuş, karandaşla nişanlanmış, tərəzidə çəkilmiş, hazırlanmış membran filtri süzmək üçün istifadə olunan cihaza yerləşdirirlər. Filtirdən tədqiq olunan suyun 100-500ml- ni süzürlər (suyun həcmi

qabdakı dispers qarışıqların miqdarından asılıdır). Əgər filtrat yetərinçə şəffaf deyilsə, onda onu yenidən filtirdən süzülər. Cihazda lazım olunan vakuumu su sırnaqlı və ya yağ nasosların köməyi ilə yaradırlar. Cihazın divarına yapışmış çöküntünü filtratla membran filtrini yuyurlar. Filtirdəki çöküntünün distillə suyu ilə yuyulmasına yol verilmir. Süzmə qurtardıqdan sonra çöküntü ilə filtiri birgə əvvəlcə havada, sonra 60°C-də 1 saat quruducu dolabda qurudub, çəkirlər.

### 101.3. Hesabat.

Qabadispers qarışıqların miqdarını (X) mq/l aşağıdakı formula kimi hesablayırlar.

$$X = [(a-b) \cdot 1000] / V$$

burada:

- a - çöküntü ilə membran filtrin kütləsi, mq;
- b - çöküntüsüz membran filtrin kütləsi, mq;
- V - analiz olunan çirkab suyun süzölmüş həcmi, ml.

### 101.4. Közərdikdən sonra qalıq

Közərdikdən sonra, qabadispers qarışıqların miqdarını təyin etmək üçün, çəkilmiş membran filtri maşa və ya pinsetlə götürüb, közərdilmiş və çəkilmiş çini puta üzərində çox ehtiyatla yandırirlar.

Külü 5-20 dəqiqə həmin putada közərdirlər.

### 101.5. Hesabat

Közərdilmiş qabadispers qarışıqların miqdarını mq/l aşağıdakı düsturla hesablanır.

$$X = [(C - d) \cdot 1000] / V$$

burada:

- C -kütlə ilə birlikdə çini putanın kütləsi, mq;
- d - boş putanın kütləsi, mq;
- V - analiz olunan suyun süzölmüş həcmi, ml.

Boş membran filtrini közərdikdə alınan külün miqdarı cüzi olduğundan, onu nəzərə almayırlar.

## 102. Suyun əsas xassələri və onların təyini

### 102.1. Hidrogen ionlarının qatılığı

Hidrogen ionlarının qatılıqlarını pH-ın miqdarı ilə göstərirlər. Çirkab sularında pH-ı şüşə elektrodan istifadə etməklə elektrometrik üsulu ilə təyin edirlər. Üsul ona əsaslanır ki, pH bir ölçü vahidinə dəyişdikdə şüşə elektrodun potensialı 25°C-də 59,1mV, 20°C-də 58, 1mV dəyişir.

pH-ı ölçmək üçün xüsusi cihazlar, pH metrler istehsal olunur (məsələn. LP-5,MT-58,LPU-01 və sairə.). Bu cihazlara, onların tətbiq edilməsinə aid, təlimatlar əlavə olunur. Bu cihazların şüşə elektrodları, pH-ın müəyyən qiymətləri olan bufer məhlullara dərəcələnilirlər.

Bir haldakı elektrodun potensialı ilə və onunla ölçülən məhlulun pH-ı arasında xətti asılılıq olur və dərəcələnmə üçün iki bufer məhlulu kifayət olardı. Lakin hərdən xətti asılılıqdan kənara çıxmalar olur, buna görə də yaxşı olar ki, analiz olunan çirkab suyun pH-nı ona yaxın olan bufer məhlulunun pH-ı ilə tutuşdurulsun.

Buna görə də aşağıda bir neçə pH-ları müxtəlif olan bufer məhlullarının hazırlanma üsulları verilib.

Bufər məhlulu. 20°C-də pH=1,68. 12,710qram kalium hidrokalsatı  $\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  a.u.t. təzə qaynadılmış və soyudulmuş distillə suyunda həll edirlər və 20°C-də həcmi 1litrə çatdırırlar.

Bufər məhlulu. 20°C-də pH=4,00 (25°C-də pH=4,01). 10,211qram 110°C-də qurudulmuş kalium hidroftalatı  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  a.u.t. təzə qaynadılmış və soyudulmuş distillə suyunda həll edirlər və 20°C-də həcmi 1litrə çatdırırlar.

Bufər məhlulu. 20°C pH=6,88 (25°C-də pH=6,86). 3,40 qram əvvəlcədən 110-130°C qurudulmuş susuz kalium dihidrofosfatı  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  və 3,55 qram susuz natrium dihidrofosfatı  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  təzə qaynadılmış və soyudulmuş distillə suyunda həll edirlər və 20°C-də həcmi 1 litrə çatdırırlar.

Bufər məhlulu. 20°C-də pH=9,23 (25°C-də pH=9,18). 3,814qram, uzun müddət natrium bromidin yayılmış kristalları üzərində saxlanılmış a.ü.t.  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ -nu təzə qaynadılmış və

soyudulmuş distillə suyunda həll edirlər və 20°C-də həcmi 1 litrə çatdırırlar.

Bufər məhlulu. 20°C-də pH=11,01 iki məhlul hazırlayırlar.

1. 12,36 qram borat turşusunu  $H_3BO_3$  təzə qaynadılmış və soyudulmuş distillə suyunda həll edirlər, 100ml 1n natrium qələvisini əlavə edirlər və həcmi 1 litrə çatdırırlar.

2. 0,1n natrium qələvisinin NaOH məhlulunu hazırlayırlar.

Sonra 1-ci məhluldan 501ml-ni, 2-ci məhlulun 499ml ilə qarışdırırlar.

Bufər məhlullarını polietilen və ya «pireks» tipli şüşə qablarında saxlayırlar. Çirkab suların pH-nı təyin etdikdə, istifadə olunan pH-metrin hər iki elektrodunun təmizliyinə xüsusi diqqət yetirmək lazımdır, çünki çirkab suların tərkibində, elektrodları qaysaqla örtə bilən piylər, yağlar, neftməhsulları və başqa maddələr olur. Elektrodları efilə isladılmış nazik yumşaq parça ilə silirlər və ya sintetik yuyucu maddələrlə yuduqdan sonra bir neçə dəfə distillə suyu ilə yuyurlar və hər yumadan sonra yuyucu maddəni təmizləmək üçün parça ilə silirlər. Elektrodun regenasiyası lazım olduqda onu 2 saat 2%-li xlorid turşusu məhlulunda saxlayırlar və sonra diqqətlə distillə suyu ilə yuyurlar. İş vaxtında kənar elektrodu distillə suyunda saxlayırlar.

### ***102.2. Qabadiispersli qatışıqlar (asilqan maddələr), quru və közərdilmiş***

Çirkab suların tərkibində adi həll olunmuş maddələrdən başqa müxtəlif dərəcədə dispersli kolloid həllolunmuş və suspenziya (asilqan) halında hissəciklər olur.

Tədqiq olunan suyun xarici görünüşünə görə dispers dərəcə-sindən bəzi məlumatlar əldə etmək olar (olduqca təqribi) və onları bu sözlərlə xarakterizə etmək olar: «bulanıq su», «suyun tərkibində qaba asılqanlar mövcud olur», «su opalesasiya edir».

Keçən işıqda şəffaf, əks etdirilmiş işıqda isə bulanıq olan suyu opalesasiya edən su adlandırırlar; keçən işıqda şəffaf olmayan və asılqan hissəcikləri adi gözlə seçməmək və 5-6 saat ərzində asılqan maddələr məhluldan ayrılmayan su bulanıq adlandırılır. Adi gözlə

hissəciklər ayırd olduqda və 5-6 saatdan sonra məhluldan ayrıldıqda suyu qabaasilqan tərkiibli adlandırirlar.

İşarələrin adına «zəif», «görünən», «çox» və sairə əlavələr etmək tövsiyyə olunur.

Asılqan hissələrin və ya çöküntünün rəngi və suyun üzərində görünən nazik təbəqə də qeyd olunmalıdır. Qatışıqları təyin etmək üçün müxtəlif məsaməli materiallardan - membran filtirdən, şüşə, kvars və çini filtr lövhəciklərdən, suyu süzərək onları ayırırlar. Filtr kağızı hidroskopik olduğuna görə kağız filtirindən istifadə olunması məsləhət görülmür. Göstərilən materialların məsamələrinin ölçüləri müxtəlif olduğundan, eyni suda qabadispers qatışıqların təyini (müxtəlif filtirlərdən istifadə etdikdə) müxtəlif nəticələr verir və «qabadispers qatışıqların miqdarı»nın anlayışı qeyri- müəyyən olur.

Buna görə də analiz nəticələrinin qeydiyyatında süzülmədə istifadə olunan filtr materialı göstərməlidir. Aşağıda müxtəlif filtirlərdən keçən hissəciklərin ən böyük ölçüləri göstərilib.

Şüşə filtr lövhəciyi: membran filtirlər:

N1-----100-110	N1-----0,3
N2-----40-50	N2-----0,5
N3-----20-30	N3-----0,7
N4-----5-10	N4-----0,9
N5-----1,2	
N6-----3-5	

Asılqan maddələri ən əsaslı (çox) membran filtirləri ayırırlar. Bu filtirlər hiqroskopik deyillər və onlardan süzülməsi sürətlə gedir. Az miqdarda qabadispers qatışıqlar olduqda membran filtirlərdən istifadə olunur.

### 102.3. Süzgəc putasından süzərək təyin olunması

Süzmək üçün 4№-li şüşə və kvars süzgəc putalarından və dibi məsaməli olan çini putalardan istifadə olunur. Süzgəc şüşə putadan o vaxt istifadə olunur ki, çirkab sularındakı qabadispers qarışıqlarının təyini 100-105°C qurudulub çəkməklə məhdudlaşır. Əgər sonra bu qarışıqların közərdildikdən sonra qalığının kütləsinin təyin etmək lazım olduqda, kvars və ya çini putalardan istifadə olunur.

Təyindən əvvəl süzgəc putanı (şüşə, kvars və ya çini) diqqətlə distillə suyu ilə yuyurlar, 100-105°C-də 1 saat qurudurlar, eksikatora soyudub çəkirlər. Sonra putanı rezin tıxacın və ya rezin muftanın vasitəsi ilə su şırnaqlı nasosa qoşulmuş Bunxen kolbası ilə birləşdirirlər.

#### **102.4. Təyinatın gedişi. Qabadispers qarışıqların miqdarı**

Kiçik vakuumda putadan 100-500ml (qabadispers qarışıqların miqdarından asılı olaraq) tədqiq olunan çirkab suyunu süzür. Qaba yapışmış hissəcikləri filtiratla həmin putaya yuyurlar.

Süzməni qurtardıqdan sonra putanın divarının xaricini diqqətlə qurudaraq 2 saat 100-105°C-də qurudurlar və soyudulduqdan sonra çəkirlər.

Qurutmanı sabit çəkiyə gələnə kimi davam etdirirlər. Qabadispers qarışıqların miqdarını əvvəldə göstərilən düsturla hesablayırlar.

Közərdikdən sonra qalıq. Süzülmüş qabadispers qarışıqları ilə çini və ya kvars putasını 600°C-də 10-15 dəqiqə mufel sobasında közərdirlər. Közərdmədən sonra qalığın miqdarını əvvəlki bölmədə göstərilən düsturla hesablayırlar.

### **103. Suyun keyfiyyətinin cəm göstəriciləri**

#### **103.1. Suyun rəngi**

Suyun rəngini spektrofotometrik keçən işığın müxtəlif dalğa uzunluqlarında suyun optiki sıxlığının ölçülməsi ilə təyin edilməsi tövsiyyə olunur.

Rəngin təyində nümunəni qablaşdırırlar. Nümunəni götürdükdən 2 saat sonra təyini aparırlar.

*Cədvəl 1*

#### **Spektrin dalğa uzunluğu və uyğun rəngləmə**

Udulan işığın dalğa uzunluğu (təqribən), HM	Şüalanmanın udulma rəngi	Məhlulun əlavə (görünən) rəngi
400-450	bənövşəyi	sarı-yaşıl
450-480	göy	sarı
480-490	yaşıl-göy	naringi
490-500	göy-yaşıl	qırmızı

500-560	Yaşıl	al-qırmızı
560-575	sarı-yaşıl	bənövşəyi
575-590	sarı	göy
590-605	narıngi	yaşıl-göy
605-730	qırmızı	göy-yaşıl
730-760	al-qırmızı	Yaşıl

Filtiratin birinci porsiyalarını kənara ataraq tədqiq olunan suyu süzülür. 10sm eni olan qatın (layın) optiki sıxlığını ölçürlər, cihazın ikinci küvetinə distillə suyu doldururlar. Su ilə maksimal udulan işıq dalğasının uzunluğu onun rəngini xarakterizə edir. Əgər alınan əyridə bir neçə pik varsa, onda onlara uyğun olan dalğa uzunluqları qeyd olunmalıdır.

Nəzərə almaq lazımdır ki, məhlulun görünən rəngi daimi şüalanmanın udulan rənginə əlavə olunandır (cədvəl 1). Udulmanın maksimuma yaxın olan dalğa uzunluğunda tədqiq olunan suyun optiki sıxlığının qiyməti, onun rənginin intensivliyinin ölçüsüdür.

İşıq spektrinin ensiz zolaqlarını keçirən işıq filtirlərinin miqdarı kifayət qədər olduqda, spektrofotometr fotometrlə (Pulfrix tipli cihaz) və ya elektrofotokolorimetrlə əvəz oluna bilər.

Cihazlar olmadığı halda çirkab suyun rəngi vizual tədqiq etməklə təyin olunur; açıq-sarı, al-qırmızı və s. Çirkab suları hovuzda buraxıldıqda, hovuzdan su ilə çirkab suyun qarışıqları 10sm qalınlıqlı qatın rəngsiz olunması tələb olunur. Çirkab suların durulaşma dərəcəsinin təyininin praktiki əhəmiyyəti vardır. Bunun ucu kağız vərəqəsinə rəngsiz süzgəcdən hazırlanmış üç silindr yerləşdirirlər (ø20-25mm). Birincisinə tədqiq olunan çirkab suyunu tökürlər (qatın hündürlüyü 10sm), üçüncüyə-eyni miqdarda distillə suyu; ikinci silindrə isə eyni həcmdə durulaşdırılmış çirkab suyunu əlavə edirlər.

İkinci və üçüncü silindirlərə yuxarıdan baxaraq kağız eyni ağ rəngdə görünənə qədər, hər dəfə durulaşma dərəcəsinə (1:1, 1:2, 1:3 və s.) artırirlər. Rəngin itməsinə görə lazımı durulaşmanın tapılması, rəngə görə suda buraxıla bilən həddləri təyin olunmuş bütün maddələrin miqdarının təyin edilmə zərurətini aradan qaldırır.

### 103.2. Suyun qoxusu

Qoxunun keyfiyyət təyininə həm otaq temperaturunda, həm də saat şüşəsi ilə örtülmüş kolbada 60°C qədər qızdırdıqda təyin edirlər. Bu təyinin nəticəsini təsviri ifadə edirlər; xlorlu-azad xlorun

qoxusu; torpaqlı-nəm torpağın qoxusu; fenollu, neft qoxulu; aptek qoxulu; hidrogensulfidli; peyinli, üfunətli, çürük saman qoxulu; kiflənmiş və sairə.

Qoxunun kəmiyyət təyini üçün hədd rəqəmi adlananı tapırlar. Hədd rəqəmi göstərir ki, qoxu tam hiss olmayana qədər, analiz olunan suyu neçə dəfə qoxusuz təmiz su ilə durulaşdırmaq lazımdır.

Durulaşma üçün aktiv kömürlü kalonkadan keçmiş su kəməri suyundan istifadə olunur. Çox vaxt distillə suyunun xüsusi qoxusu olduğuna görə ondan istifadə olunmur.

Çirkab suyun qoxusu tərkibində olan turşu və qələvi xassəli maddələrlə yarandıqda, qoxu ən çox hiss olunan pH-ın qiymətində təyin olunur.

Bir sıra bufer məhlullarını hazırlayaraq (pH= 5; 6; 7; 8; 9) və hər məhlula eyni (az) miqdarda analiz olunan nümunədən əlavə etməklə bu pH-ın qiymətini eksperimental yolla tapırlar.

Analiz olunan suyun, hədd rəqəminin sonrakı təyini uyğun olan bufer məhlulu ilə pH-ı kritik qiymətə çatdırılmış durulaşdırıcı su ilə aparırlar.

### ***103.3. Təyinatın aparılması şərtləri***

Bütün təyinatlar başqa qoxular daxil ola bilməyən otaqda aparılmalıdır. Tədqiqatdan əvvəl analitiklər qida qəbul etməməlidir, ətir, odekalon, losyon və s. istifadə etməməlidirlər. Bu zaman onlar zökəm və alepgiya xəstəlikləri keçirməməlidir.

Zəif qoxuların hiss etmə qabiliyyəti insanlarda fərqli olduğundan, təyinat eyni zamanda üç nəfərdən az olmayan analitiklərin iştirakı ilə aparılmalıdır.

Xüsusi həssaslıq burada tələb olunmur, lakin iy duyğusu zəif olan adamlar belə təyinlərə buraxılmır. İlk yoxlama aparılması tövsiyyə olunur, analitiklərin seçilmiş qrupuna hər hansı bir təmiz iyli maddənin «hədd rəqəmini» təyin edilməsi təklif olunur.

Bu məqsədlə n-butanol və m- krezol təklif olunub. Çox iylenen çirkab sularını əvvəl xeyli durulaşdırmaq lazımdır və təyinin nəticəsinin hesabatında bu durulaşmanı nəzərə almaq lazımdır.

İy bilmə qabiliyyəti zəiflədiyinə görə qoxunun analizini 1 saatdan artıq aparmaq olmaz. Əgər analiz olunan su xlərləşdirilibsə, onda iki təyinin aparılması məsləhət görülür: 1-ci - nümunədə heç



bir dəyişiklik etmədən, 2-ci ekvivalent miqdarda askorbin turşusuna tiosulfat əlavə etməklə dextlorlaşmadan sonra.

#### 103.4. Təyinatın gedişi

«Hədd rəqəmini» aşağıdakı üsulla təyin edirlər. Şüşə tıxaclarla təhiz olunmuş 500ml həcmli konusvari kolbalara bir qədər durulaşdırıcı sudan tökürlər, sonra 2; 5; 10; 50; 150 ml analiz olunan sudan daxil edirlər, durulaşdırıcı su ilə həcmi 200ml çatdırırlar, tıxacla bağlayıb, qarışdırırlar. 500ml həcmli başqa bir kolbaya 200 ml-ə durulaşdırıcı su tökürlər. Tıxacları çıxararaq növbə ilə nümunəli kolbaları və təmiz sulu kolbanı buruna yaxınlaşdırıb iyləyirlər. Bu üsulla iy hiss oluna bilən böyük durulaşmanı təqribən tapırlar. Bu nəticəyə əsaslanaraq, növbəti məhlulların qatılıqları arasında kiçik fərq olan, durulaşmış nümunənin ikinci hissəsini hazırlayırlar.

Qoxunun itməsində ən kiçik durulaşma - hədd rəqəmidir.

$$\text{hədd rəqəmi} = \frac{A + B}{A}$$

burada:

*A* - daxil olunan nümunənin həcmi, ml;

*B* - durulaşdırıcı suyun əlavə olunmuş həcmi, ml.

Təyinatı 60°C-də aparırlar, bunun üçün içində məhlul olan kolbaları uyğun qızdırılmış su hamamına yerləşdirirlər.

Əgər analiz olunan suda hər hansı bir qoxulu maddənin olduğu məlumdursa, onda yuxarıda göstərilən üsulla nümunədə onun qatılığını təyin etmək mümkündür.

Bunun üçün nümunənin qoxusunun hədd rəqəmini və bu maddənin qatılığı məlum olan standart məhlulun qoxusunun hədd rəqəmini təyin edirlər.

Nümunədə bu maddənin qatılığı ( $C_x$ ) bərabərdir.

$$C_x = \frac{C_o N_o}{N_x}$$

burada:

$C_o$  - standart məhlulda təyin olan maddənin qatılığı;

$N_o$  standart məhlulun qoxusunun hədd rəqəmi;

$N_x$  nümunənin qoxusunun hədd rəqəmi.

Hədd rəqəminin təyini, suda olan bütün maddələrin təyin olunmuş buraxıla bilən hədlərinin, kəmiyyət miqdarının təyin zəruriyyətindən azad edir.

#### 104. Ağır metalların ümumi təyini

Ağır metalları - qurğuşun, mis, kadmium, sink, nikel- məhluldan ditizonat komplekslər şəklində çıxardılır, ditizonun artığını kənarlaşdırırlar, alınan ditizonatların qarışığı civə II duzları ilə işlənilir.

Civənin ditizonla kompleks birləşmələri çox dayanıqlı olduğuna görə, sayılan bütün metallar civə ditizonata  $\text{Hg}(\text{HO}_2)_2$  çevirirlər. Məhlulun optiki sıxlığını dalğa uzunluğu  $\lambda=485\text{nm}$  ( $E=7\cdot 10^4$ ) ölçürlər.

Təyinin nəticəsini  $\text{mqekv}/\ell$  ifadə edirlər.

##### 104.1. Mane olan maddələr

Analiz olunan nümunədə ağır metallar sianid – ionları və müxtəlif üzvi turşuların anionları ilə kompleks birləşmə şəklində ola bilərlər, bunun üçündə təyindən əvvəl bu komplekslərin dağılması gərəkdir. Bixromat ionlar olduqda onları hidrozin və ya başqa bir reduksiyaedici əlavə edərək, reduksiya edirlər. Üç valentli dəmiri natrium tartrat məhlulu əlavə etməklə mane olan təsirini kənarlaşdırırlar.

##### 104.2. Reaktivlər

Distillə suyu (əlavə olunan nümunənin rəngi dəyişməyə nə qədər, suyu ditizon məhlulunu kiçik porsiyalarla əlavə edib, qarışdırırlar) və təmiz  $\text{CCl}_4$

Ditizonun karbon 4 xlorid məhlulu.

Natrium tartrat,  $(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6)\text{Na}_2$  ditizon məhlulu ilə təmizlənmiş 5%-li məhlul.

Ammonyak, qatı məhlul.

Yuyucu məhlul, 1 litr distillə suyuna 1ml qatı ammonyak əlavə edirlər.

Karbon dördxlorid a.ü.t.

Civə nitrat, 10mq duzu 1 litr 2N sirkə turşusunda həll edirlər.

Ağır metal duzunun standart məhlulu. 0,1542qram kadmium nitratı  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  və ya 0,1438 qram sink sulfatı  $(\text{ZnSO}_4 \cdot$

7H<sub>2</sub>O) və ya 0,1656 qram qurğuşun nitratı distillə suyunda həll edib 1litrə qədər durulaşdırılaraq əsas məhlul hazırlayırlar və məhlulun 1ml tərkibində mikroqram-ekvivalent (0,001mq-ekv) olur. Əsas məhlulun 10ml həcmi 100ml qədər durulaşdıraraq, işçi məhlul hazırlayırlar, bu məhlulun 1ml-də ağır metalın miqdarı 0,1mq-ekvivalentdir. Hidroxlrid, hidrosilamin 5%-li məhlulu.

### **104.3. Təyinatın gedişi**

Nümunənin 500 ml (az miqdarda olduqda 500 ml qədər durulaşdırırlar) çini kasada həcmi 50 ml çatana qədər qovulur, sonra 5 ml qatı nitrat turşusu və 2ml 30% hidrogen peroksid əlavə edib, kasanı saat şüşəsi ilə ötürüb həcm 15-20ml çatana qədər qovmanı davam etdirirlər.

Qalıqı ditizonla təmizlənmiş 50ml distillə suyunda həll edirlər və sürətlə süzən filtirdən konusvari kolbaya süzülür.

10 ml 5% hidroxlrid hidrosilamin məhlulu əlavə edib 10 dəqiqə 80-90°C temperaturda qızdırırlar. Sonra soyudub məhlulu ayırıcı qıfa keçirirlər və 10 ml 5%-li natrium tartrat və 1 ml qədər qatı ammoniyak məhlulu əlavə edərək məhlulun pH-nı universal indiqator kağızına görə 8-8,5-ə çatdırırlar. 10 və 5 ml həcmdə ditizon məhlulu daxil etməklə və 2 dəqiqə bərk silkələyərək ekstraksiya edirlər. Ditizon məhlulunun rəngi dəyişməyə qədər daxil edirlər. Sonra bir dəfədə ekstraksiyanı 5 ml karbontetraxloridlə aparırlar. Alınan ekstraktı ditizon məhluluna əlavə edib, ayırıcı qıfa keçirirlər və 2-3 dəfə 10ml həcmdə yuyucu məhlulla işlənir. Yuyulmuş ekstrakta 50ml 0,01%-li civə nitrat məhlulu əlavə edirlər, 2 dəqiqə çalxalanır və təbəqələşmədən sonra tərkibində narıncı-sarı rəngli civə ditizonat olan karbon tetraxlorid təbəqəsini 50 ml həcmli ölçü kolbasına boşaldıb, həcmi karbon tetraxloridlə 50 ml çatdırıb, qarışdırırlar. Optiki sıxlığı  $\lambda=485\text{nm}$  yoxlama təcrübədə alınan məhlulun nisbətində görə aparırlar. Bu məhlulu, təyində olan bütün mərhələlərdən keçən, ditizonla təmizlənmiş 500ml distillə suyundan hazırlayırlar.

Təyinin nisbətini dərəcəli qrafikə görə tapırlar. Qrafiki qurmaq üçün  $0,5 \cdot 10^{-4}$ ;  $1 \cdot 10^{-4}$ ;  $2 \cdot 10^{-4}$ ... mqekv/l-ə uyğun olan 0,5; 1,0; 2,0; ...; 5,0 ml ağır metal duzunun işçi standart məhlulunu götürüb 500ml həcmə qədər distillə suyu ilə durulaşdırıb, təyinin bütün mərhələlərindən keçirirlər, mqekv/l-ə ifadə olunan ağır metalların

qatılıqlarının buraxıla bilən həddi (BBH) aşağıdakı artma sırasında göstərilib: kadmiyum ( $1,8 \cdot 10^{-4}$ ); qurğuşun ( $9,7 \cdot 10^{-4}$ ); mis ( $3,1 \cdot 10^{-3}$ ); nikel ( $3,4 \cdot 10^{-3}$ ); sink ( $3,1 \cdot 10^{-2}$ ). Tapılan ağır metalların cəminin miqdarı göstərilən miqdarın birincisindən ( $1,8 \cdot 10^{-4}$ ) yüksək olduqda, ayrı-ayrı metalların miqdarını təyin edirlər. Kadmiyumdan başlayaraq fərq növbəti metalın BBH-dən az olana qədər, cəmdən tapılan nəticələri çıxırlar. Əgər analiz olunan suda göstərilən hansısa metalın olmaması əvvəlcədən bilinirsə, onda onu təyin etmirlər.

## 105. Ninhidrində ( $C_9H_6O_4$ ) müsbət reaksiya göstərən azot tərkibli maddələr

### 105.1. Metodun mahiyyəti

Əsasən alifatik azot tərkibli maddələr (aminlər və iminlər) aminoşəkər, amino – və iminoturşular peptidlər və sairə ninhidrində (bu reaktivlə məhlulu bənövşəyi rəngə boyayan birləşmələrin əmələ gəlməsi) müsbət reaksiya göstərilir.

N- fenilendiamin, n- aminofenol, aminotiollar kimi maddələr çox zəif reaksiya verirlər (yuxarıda göstərilən əsas maddələrdən təqribən 10 dəfə zəif).

Polipeptidlər və tərkibində azot olmayan birləşmələr (oksaldehidlər, oksiketonlar, katoturşular) az zəif reaksiya verirlər.

Bələliklə, analiz olunan suda azot tərkibli maddələrin bir hissəsini təyin edərək ninhidrin nümunəsi (NPS) bu maddələrin iki qrupa bölünməsinə imkan verir. Müsbət NPS- reaksiyası verən və bu reaksiya verməyən  $NH_3$  və  $NH_4^+$  azotunu ayrıca təyin edib, alınan nəticədən çıxırlar.

Əsas reaksiya ilə eyni zamanda kənar reaksiyalarda gedir, bu səbəbdəndə məhlulun rəng çalarları bir qədər fərqlənir və molyar udulma əmsali  $1,8 \cdot 10^4$ ,  $3,3 \cdot 10^4$  arasında dəyişir. Optiki sıxlığı  $\lambda = 570$  nm ölçülər və dərəcəli qrafikini qurmaq üçün standart kimi ammonium xloridi götürürlər.

### 105.2. Mane olan maddələr

Çirkab sularında ninhidrinlə reaksiyanı ləngidən maddələr olurlar. Onları nümunənin durulaşması ilə kənar etmək mümkün-süz-

dür. Onların mümkün olmasına şübhə yarandıqda, standart əlavələr metodikalardan, lazım olduqda, uyğun əlavə düzəlişdən istifadə olunur. Əgər nümunədə ağır metalların (mis, kadmium, dəmir) qatılığı 5 mq/l yüksək olduqda, uyğun miqdarda sianid daxil olunmalıdır.

### **105.3. Reaktivlər**

Ninhidrin, 3%-li məhlul. 1,50 qram ninhidrini  $C_9H_6O_4$  tez çəkib, dərhal 50ml etil və izopropil spirtlərin (1:1) qarışığında həll edirlər. Məhlul 3 sutkadan artıq davamlı olmadığına görə, istifadəsindən əvvəl kiçik porsiyalarla onun hazırlanması tövsiyyə olunur. Məhlulu kip bağlanmış qabda soyuducuda saxlayırlar.

- Tərkibində ammoniyak və ammonium duzları olmayan distilə suyu.

- Sirkə-asetat bufer məhlulu. 270 qram natrium asetatı  $CH_3COONa \cdot 3H_2O$  250ml ammoniyaksız suda həll edirlər, 50ml susuz sirkə turşusu əlavə edirlər və ammoniyaksız su ilə 500 ml çatdırırlar. Məhlul 6 ay saxlana bilər.

- kalium sianid, 0,001n məhlul. İstifadədən əvvəl daha qatı məhluldan hazırlanır.

- etil (96%) və izopropil spirtləri.

- ammonium xloridin standart məhlulu.

Əsas: Əvvəlcədən eksikatora qurudulmuş 0,7638 qram k.t. ammonium xloridi ammoniyaksız suda həll edirlər və həcmi 1 litrə çatdırırlar.

İşçi: 25ml əsas məhlulu 1 litrə qədər ammoniyaksız su ilə durrulaşdırırlar. Onu istifadəsindən əvvəl hazırlayırlar; əsas məhlulun 1ml tərkibində azotun miqdarı 200mkq; işçi məhlulun 1ml-də 5mkq azot var.

### **105.4. Təyinatın gedişi.**

Eyni zamanda 7-10 nümunə seriyası ilə işləmək məqsədə uyğundur. Tərkibində 0,5-10mkq azot olan hər bir nümunədən 20 ml kip şüşə tıxaclı 25 ml həcmli ölçü kolbalara və ya dərəcələnməmiş sınaq şüşələrinə yerləşdirirlər, 0,5ml bufer məhlulu əlavə edirlər. Daha qatı məhlulların analizində nümunənin həcmi az götürürlər və 20

ml qədər ammoniyaksız su ilə durulaşdırırlar; məhlulların pH 3-9 həddində olmalıdır. Hər qaba 1ml ninhidrin və 0,1ml kalium sianid məhlulu töküüb, tıxacla bağlayıb qarışdırırlar. Sonra tıxacları çıxarıb, tozdan qorunmaq üçün təmiz altlığa qoyurlar. Tıxac yerinə hər bir qabın boğazını alüminium folqası ilə dolayırlar və bütün qabları dəqiq 15 dəqiqəyə, ammoniyaksız su ilə doldurulmuş, qaynayan su hamamına qoyurlar. Qabları su hamamından çıxaran kimi, dərhal isti məhlullara təqribən 23-24 ml həcmə qədər izopropil spirti əlavə edirlər, tıxacla bağlayıb qarışdırırlar.

Otaq temperaturuna qədər soyuduqdan sonra (30 dəqiqə) hər qabın 25 ml nişanına qədər izopropilspirti əlavə edirlər, qarışdırırlar və bir saat ərzində qatın qalınlığı 1-3 sm olan küvetdə  $\lambda=750\text{nm}$ -də ammoniyaksız suyun nisbətində görə optiki sıxlığı ölçürlər.

Nümunələrin hər bir seriyasında yoxlama təyini aparırlar və nəticəni hesabatda nəzərə alırlar.

Dərəcəli qrafikini qurmaq üçün ammonium xlorid işçi standart məhlulundan tərkibində 1-dən 10 mkq qədər azot olan porsiyaları götürürlər, hər porsiyanı 20ml qədər durulaşdırırlar və təyini nümunənin analizi kimi aparırlar.

## 106. Alüminium

### *106.1. Az qatılıqda olan alüminiumun təyini*

Məhlulda az miqdarda olan alüminiumun təyini üçün çox sayda fotometrik üsullar təklif olunub. Onlardan çoxu (məsələn: alüminon, alizarinsulfonatın istifadəsi ilə aparılan metodlar) bu reagentlərlə alüminiumun birləşmələrinin boyanmış kolloid məhlulların alınmasına əsaslanır.

Alınan rənglərin və çalarların intensivliyinin lakda alınan kolloid hissəciklərinin dispersiya dərəcəsiindən asılı olduğundan və öz növbəsində axırının çox amillərdən (məhlulda müxtəlif duzların olmasından və onların qatılıqlarından, temperaturdan, reaktivlərin təsir sürətindən və s.) asılı olduğundan, bu metodların istifadəsi tövsiyə olunmur.

Boyanmış maddələrin həqiqi (əsl) məhlulları aşağıda göstərilən iki fotometrik metodla alınır.

## **106.2. Alüminiumun hidrosixinolyatın ekstraksiyası ilə fotometrik metod (üsul).**

### **106.3. Metodun mahiyyəti.**

Bu metod ona əsaslanır ki, zəif turşulu ( $\text{pH}=4,35-4,5$ ) mühitdə hidrosixinolyat miqdarca (kəmiyyətcə) xloroformla ekstraksiya olunur və xloroform qatını (layını) sarı-yaşıl rəngə boyayır. Ölçünü  $\lambda=387-400\text{nm}$  aparırlar, udulmanın molyar udulma əmsalının uyğun qiymətləri  $6,4 \cdot 10^{-4}$ -dən  $5 \cdot 10^{-3}$  qədərdir.

### **106.4. Mane olan maddələr**

Təyinatə mane olan dəmiri (II) əvvəlcə üç valentliyi qədər oksidləşdirirlər və daha çox turşulu ( $\text{pH}=1,7-2,0$ ) mühitdə xloroform vasitəsi ilə çıxarırlar.

### **106.5. Reaktivlər**

- xlorid turşusu, 1n məhlul.
- 8-hidrosixinolin, xloroformda 2%-li məhlul.
- asetət bufer məhlulu,  $\text{pH}=4,5$ ; 102ml 1n sirkə turşusunu 98 ml 1n natrium asetət məhlulu ilə qarışdırıb, həcmi su ilə 1 litrə çatdırırlar.

- alüminium duzunun standart məhlulu. 1,759 qram alü-mokalium zəyini a.ü.t. distillə suyunda həll edib, məhlulu 1 litrə qə-dər durulaşdırırlar; alınan məhlulun 1ml-in tərkibində 0,1 mq alü-minium var. Alüminiumun miqdarı çox az olduqda məhlul 10 dəfə durulaşdırılmalıdır, onun 1ml-in tərkibində alüminiumun miqdarı 0,01 mq-dır.

Ammonium persulfat.

### **106.6. Təyinatın gedişi**

Analiz olunan suyun həcmi ilə götürürlər ki, tərkibində alü-miniumun miqdarı 5-dən 200mkq-a qədər olsun. Lazım olduqda distillə suyu ilə 25-50ml qədər durulaşdırırlar, azca ammonium persulfat əlavə edirlər, həll olunana qədər qarışdırırlar və bir neçə dəqiqə saxlayırlar. Məhlulu ayırıcı qıfə keçirirlər və 0,1n turşu və ya qələvi ilə neytrallaşdırırlar. Metiloranja görə analiz olunan suyun ayrıca porsiyasını titrləməklə, neytrallaşma üçün lazım olan turşu və ya qələvinin miqdarını tapırlar. Sonra məhlulun hər 25ml-ə 0,4 ml

xlorid turşusu əlavə etməklə onu turşulaşdırırlar (turşulaşdıqdan sonra məhlulun pH  $1,7 \div 1,95$  olmalıdır),  $1,5 \div 2$  ml 8-hidroksixinolinin xloroformda məhlulunu əlavə edirlər, bərk silkələyib, təbəqələşməyə qoyurlar və dəmir oksixinolyatla boyanmış aşağı təbəqəni kənarlaşdırırlar.

Məhluldan dəmirin çıxarılmasını, ikinci eyni porsiyada xloroformda 8-hidroksixinol məhlulunu əlavə etməklə təkrarlayırlar. Dəmirin miqdarı yüksək olduqda, rəngsiz ekstrakt alınana qədər ekstraksiyanı davam etdirirlər.

Tərkibində dəmir olmayan məhlula  $2,5 \div 3,0$  ml xloroformda 8-hidroksixinolin məhlulunu, 10ml asetat bufer məhlulunu (pH=4,5) əlavə edib, bərk silkələyərək, alüminium oksixinolyatı ekstraksiya edirlər, təbəqələşmə üçün 1-2 dəqiqə saxlandıqdan sonra sarı-yaşıl rəngə boyanmış aşağı xloroform təbəqəsini fotometrik küvetinə keçirirlər və  $\lambda=387-400$  nm optiki sıxlığını ölçürlər.

### ***106.7. Erioxromsionin P-nin istifadəsi ilə fotometrik metod..***

#### ***106.8. Metodun mahiyyəti***

Durulaşmış məhlullarda pH=6, , 0 olduqda, alüminium duzları erioxromsionin P ilə reaksiyaya girərək işıq udulma maksimumu 535nm olan qırmızı- bənövşəyi birləşmə əmələ gətirir. Alüminiumun optimal miqdarı 20-300mkq/l-dir.

Qatılığı daha çox olan məhlulları əvvəlcə durulaşdırırlar, qatı olmayanları isə turşulaşdırıb, buxarlandırırlar.

#### ***106.9. Mane olan maddələr***

Dəmirin və manqanın mane olan təsirini askorbin turşusunu əlavə etməklə aradan qaldırırlar. Qatılığı 10 mq/l az olduqda ortafosfatlar təyinə mane olmur. Qatılığı 2000 mq/l az olduqda sulfatlar təyinə mane olmur. Məhlulda ftoridlər olduqda dərəcəli qrafiki qurmaqla onun uyğun miqdarını daxil etmək olar (çünki florionların miqdarı əksər hallarda məlum olur).

Nümunənin rənginin və bulannığını kompensasiya etmək üçün, onun başqa porsiyasına alüminiumla rabitəyə girən EDTA (natrium etilendiamintetraasetat) əlavə edirlər və optiki sıxlığın təyində onu yoxlama məhlulu kimi istifadə edirlər.



### **106.10.Reaktivlər**

- alüminium duzunun standart məhlulu. Əsas məhlul 1,758 qram alümonkalium zəyini distillə suyunda həll edib 1000 ml qədər durulaşdırırlar, bu məhlulun 1 ml-in tərkibində alüminiumun miqdarı 100 mkq-dır. İşçi standar məhlul. 10 ml əsas standart məhlulunu 1000 ml qədər su ilə durulaşdırırlar, bu məhlulun 1ml tərkibində

alüminiumun miqdarı 1,00 mkq-dır.

- sulfat turşusu, 0,02N və 6N məhlulları.

- askorbin turşusu. 0,1 qram askorbin turşusunu distillə suyunda həll edib həcmi 100 ml-ə çatdırırlar. Gündəlik təzə məhlul hazırlanmalıdır.

- bufer məhlulu. 136 qram natrium asetatı  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  distillə suyunda həll edirlər, 40 ml 1n sirkə turşusu əlavə edib, su ilə 1000ml qədər durulaşdırırlar.

- erixromsianın P. əsas məhlul.300mq reaktivi təqribən 50 ml distillə suyunda həll edirlər,  $\text{pH} \approx 2,9$  olana qədər durulaşmış (1:1) sirkə turşusu əlavə edirlər (təxminən 3 ml qədər) və 100 ml qədər su ilə durulaşdırırlar. Məhlulun saxlama müddəti 1 ildir.İşçi məhlul: 10ml əsas məhlulu 100 ml-ə qədər su ilə durulaşdırırlar. Məhlulun saxlama müddəti 3 aydır.

- EDTA 0,01M məhlul. 3,7 qram reaktivi distillə suyunda həll edib 1 litr su ilə durulaşdırırlar.

- natrium qələvisi, 1n və 0,1n məhlullar.

### **106.11.Təyinatın gedişi**

Polifosfatlar olmadıqda kolbaya 25 ml nümunədən töküüb, bir neçə damcı metiloranj məhlulu əlavə edərək zəif çəhrayı rəng alınana qədər 0,02n sulfat turşusu ilə titirləyirlər.

Titirləmənin nəticələri qeyd edilir və mayeni atırlar.

Nümunədən iki həcm götürüb, hər birinə birinci titirləmədə sərf olunan 0,02n sulfat turşusu miqdarından 1ml artıq əlavə edirlər. Sonra hər iki məhlulun hərəsinə 1ml askorbin turşusu, 10 ml bufer məhlulu əlavə edib qarışdırırlar və 5-15 dəqiqə saxlayırlar (15 dəqiqədən sonra rəng başlayır zəifləməyə)  $\lambda=535\text{nm}$ . İkinci məhlulun optiki sıxlığını birinci məhlulun nisbətində görə ölçürlər.

Alüminiumun miqdarını dərəcəli qrafikə görə təyin edirlər. Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün 50 ml həcmli kolbalara tərkibində 0-

dan 8mkq Al olan işçi standart məhlulun porsiyalarını daxil edirlər, 25 ml su və 1 ml 0,02n sulfat turşusu əlavə edirlər, qarışdırırlar və sonra nümunənin analizi kimi davam etdirirlər.

Polifosfatlar olduqda. 200ml həcmli konusvari kolbaya 100 ml analiz olunan nümunədən daxil edirlər, 1,7 ml 6n sulfat turşusu əlavə edirlər və qaynama temperaturuna yaxın temperaturu saxlayaraq 1,5 saat isti plitədə qızdırırlar. Qızmanın axırında məhlulun həcmi təqribən 25 ml qədər azalmalıdır. Lazım olduqda, bu həcmdə və ya bir azca çox distillə suyu əlavə edirlər. Soyuduqdan sonra məhlulu  $pH=4,3-4,5$  qədər neytrallaşdırırlar, ölçü kolbasında 100ml qədər su ilə durulaşdırırlar, 25ml porsiyamı götürüb təyini yuxarıda göstərilən metodla davam etdirirlər.

## 107. Berillium

### *107.1. Berillon III-lə fotometrik metod. Metodun mahiyyəti*

Neytral və zəif qələvi mühitində berilliumla Berillon III suda həll olunan moruğu rəngli kompleks birləşməsi əmələ gətirir.

Metod çox həssasdır: udulmanın molyar əmsalı -  $1,9 \cdot 10^4$ -ə bərabərdir.

Reaktivin öz rəngi narıncı-qonur olduğuna görə, məhlulun optiki sıxlığının təyində müqayisə məhluluna uyğun miqdarda reaktiv daxil olunur.

### *107.2. Mane olan maddələr*

Təyin  $pH=13$  apardıqda, maskalanma reagenti kimi EDTA (trilon B) və trietanolamin əlavə edirlər, metod çox seçicidir. Alüminium, kalsium, kadmium, kobalt, xrom (III), maqnezium, manqan, nikel, qalay, qurğuşun, vanadium, volfram və sink, sulfat, xlorid, fosfat və florid ionları təyinə praktiki təsir göstərmirlər. 0,5ml titanın miqdarı berillium təyinin nəticəsini təqribən 6% artırır.

### *107.3. Reaktivlər*

- berillon III, 0,02%-li məhlul. 50,0mq reaktiv 0,25ml 10%-li natrium qələvisi əlavə olunan 25ml distillə suyunda 250ml ölçü kolbasında həll edirlər və su ilə cizgiyə qədər durulaşdırırlar.

- berillium duzunun standart məhlulu. 1,9640 qram berillium sulfatı  $\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  suda həll edirlər. 1ml qatı sulfat turşusu əlavə edib 100ml həcmli ölçü kolbasında distillə suyu ilə durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1ml-in tərkibində berilliumun miqdarı 1 mq-dır.

- maskalama maddələrin məhlulu. 10 qram EDTA-nı 80ml distillə suyunda həll edib, 6 ml trietanolamin əlavə edirlər və 100 ml-ə qədər durulaşdırırlar.

#### **107.4. Təyinatın gedişi**

Tərkibində berilliumun miqdarı 10mqq-dan çox olmayan 5 ml zəif turşulu ( $\text{pH}=2\div 3$ ) analiz olunan məhlulu 50 ml həcmli ölçü kolbasına daxil edirlər (berillium yüksək qatılıqda olduqda, analiz olunan məhlulu durulaşdırırlar). 2,5ml maskalayıcı məhlulu, 2ml 10%-li natrium qələvi məhlulunu əlavə edib, qarışdırırlar və 5 dəqiqə saxlayırlar. Sonra 10 ml berillon məhlulu əlavə edirlər və cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırıb, qarışdırırlar və 10 dəqiqədən sonra  $\lambda=530\text{nm}$  -də yoxlayıcı məhlulun nisbətində alınan məhlulun optiki sıxlığını ölçürlər. Yoxlayıcı məhlulu hazırlamaq üçün 5 ml distillə suyuna yuxarıda göstərilən reaktivləri əlavə edirlər.

Berilliumun miqdarını dərəcələnmə qrafikindən tapırlar. Bu qrafiki qurmaq üçün tərkibində berilliumun miqdarı 1-dən 10mqq – a qədər olan 5 ml berillium duzunun standart məhlullarına yuxarıda təyində göstərilən bütün reaktivləri əlavə edirlər.

#### **107.5. Alüminonun istifadəsində fotometrik metod**

*Metodun mahiyyəti.* Alüminonla berillium qırmızı rəngli lak əmələ gətirir. Alınan kolloid məhlulunu stabilləşdirmək üçün jelatin əlavə olunmalıdır. Bu metod yetərinəcə selektivdir. Təyin oluna bilən minimal qatılığı 5mqq/ℓ-dir.

#### **107.6. Mane olan maddələr**

Az miqdarda EDTA-nın əlavə olunması alüminiumun, dəmirin, kobaltın, misin, nikelin, titanın, sinkin, sirkoniumun, qurğuşunun, manqanın, molibdenin, volframın, xromin(III), kadmiumun, bismutun, titanın (50mqq qədər) mane olan təsirini aradan qaldırır.

### 107.7. İlk emal

Çirkab sudan nümunə götürərkən, qabın divarlarına sorbsiyanın qarşısını almaq üçün, nümunəni pH=2,0 qədər turşulaşdırırlar. Bunun üçün nümunənin 1 litrinə 1,5ml qatı H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> əlavə olunması kifayətdir. Əgər berillium yalnız maye fazada təyin olunursa, onda nümunə membran filtirdən süzülür.

### 107.8. Reaktivlər

- berillium duzunun standart məhlulu. Əsas məhlul. 9,82 qram BeSO<sub>4</sub>•H<sub>2</sub>O 100 ml distillə suyunda həll edirlər, əgər lazımsa süzülər və su ilə 500ml-ə qədər durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1ml tərkibində berilliumun miqdarı 1,00 mq-dır.

İşçi məhlul. Berillium duzunun əsas məhlulun 10ml 1000ml-ə qədər durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1 ml-də berilliumun miqdarı 10,0 mkq-dır.

- EDTA (etilen diamntetraasetat). 2,5 qram EDTA-nı 100 ml distillə suyunda həll edirlər.

- alüminonun bufer məhlulu. 2 litr həcmli stəkana 1 litr distillə suyu tökürlər, 500 qram ammonium asetat, 80 ml susuz sirkə turşusu əlavə edib tam həll olunana qədər qarışdırırlar. 1qram alüminon ayrıca 50 ml distillə suyunda həll edib hazırlanmış bufer məhluluna əlavə edirlər. Sonra 3,0 qram benzoy turşusunu ayrıca 20 ml spirtdə həll edib həmin stəkana boşaldırlar. Qarışığı 2 litrə qədər durulaşdırırlar, jelatin məhlulunu ayrıca hazırlayırlar. Bunun üçün 400 ml həcmli stəkana 250 ml distillə suyu tökürlər, 10 qram jelatin daxil edib, stəkani qaynayan suya salırlar və jelatin tam həll olunana qədər vaxtaşırı qarışdırırlar. Bu isti məhlulu içinə əvvəlcədən 500 ml distillə suyu tökülmüş, 1000ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər, otaq temperaturuna qədər soyudurlar və qarışdırırlar. Alınan jelatin məhlulunu və hazırlanmış bufer məhluluna 4 litr həcmli tünd şüşədən hazırlanmış qaba keçirirlər, qarışdırırlar və qaranlıq, soyuq yerdə saxlayırlar.

Məhlulun saxlanma müddəti 1 aydır.

### 107.9. Təyinatn gedişi

Nümunənin tərkibində üzvi maddələr olduqda və berilliumun miqdarının tam təyin olunması işlənildə, nümunə nitrat və sulfat

turşuları ilə işlənir. Əgər berillium yalnız maye fazasında təyin olunmursa, onda nümunəni membran filtirdən süzülür.

Tərkibində berilliumun miqdarı 20 mq-dan çox olmayan 50 ml və ya ondan az nümunəni 100ml həcmli ölçü kolbasına daxil edirlər. Ayrıca eyni üç kolbaya 0,5; 1,00 və 2,00ml berillium duzunun işçi standart məhlulunu tökürlər. Hər kolbaya 2ml EDTA məhlulu əlavə edib, distillə suyu ilə 75ml-ə qədər durulaşdırırlar. 15ml alüminonun bufer məhlulunu əlavə edib, distillə suyu ilə cizgiyə qədər durulaşdırırlar. 20 dəqiqə qaranlıq yerdə saxladıqdan sonra, lazım gələrsə süzülür, analiz olunan məhlulun və üç standart məhlulların optiki sıxlıqlarını, divarlar arası məsafəsi 5 sm olan küvetdə,  $\lambda=515\text{nm}$  ölçürlər. Ölçülərin nəticəsinə görə dərəcəli qrafiki qurub, berilliumun miqdarını tapırlar.

## 108. Vanadium

### *108.1. N-benzol-N fenilhidroksilaminlə (BFHA) fotometrik metod. Metodun mahiyyəti*

Çox turşulu mühitdə (2-10N HCl) beşvalentli vanadium ionları N-benzol -N-fenilhidroksilaminlə (BFHA) xloroformda həll olunan bənövşəyi rəngdə kompleks birləşməsi əmələ gətirir. Bu birləşmənin tərkibi  $V_2O_3[C_6H_5CO(C_6H_5)NO]_4$  formulaya cavab verir.

Vanadiumun qatılığı 0,05-dən 40 mq/l qədər olduqda bu üsuldən istifadə olunur. Kompleksin xloroformlu məhlulun molyar udulma əmsalı  $4,7 \cdot 10^3$  bərabərdir.

### *108.2. Mane olan maddələr*

Bu metod çox seçicidir.

Əhəmiyyətli miqdarda (20÷40mq) olan alüminium, dəmir(III), kobalt, manqan, nikel, torium, mis, uran, xrom və sink vanadiumun təyininə təsir etmirlər.

Təyinə mane olur molibden(VI), titan, sirkonium və həmçinin qatılığı 1n yuxarı olan nitrat turşusu. Güclü oksidləşdiricilər və reduksiyaedicilər təyinatə mane olur.

### 108.3. Reaktivlər

- xloroform, tərkibində etanol olmamalıdır. Xloroformdan etanolun izini kənarlaşdırmaq üçün 1 dəqiqə silkələməklə 5 dəfə distilə suyu ilə yuyurlar və su qatı atılır.

- BFHA. 1 qram N-benzoil-N-fenilhidroksilamini 1 litr tərkibində etanol olmayan, xloroformda həll edirlər. Məhlulu tünd rəngli şüşə qabda saxlayırlar. Məhlulun saxlanma müddəti 1 həftədir.

- xlorid turşusu, (2:3) durulaşdırılmış.

- Ammonium persulfat, 10%-li məhlul.

- Ammonium vanadatın standart məhlulu

Əsas məhlul. Ammonium vanadatı əvvəlcə eksikatorda qurudurlar, sonra 1,148 qram distilə suyunda həll edirlər və ölçü kolbasında 500 ml qədər durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1 ml-də vanadiumun miqdarı 1 mq-dır.

İşçi məhlul. 10 ml ammonium vanadatın əsas standartı məhlulu ölçü kolbasında 100 ml qədər durulaşdırırlar, alınan məhlulun 1 ml-də vanadiumun miqdarı 10 mq-dır.

### 108.4. Təyinatın gedişi

Analiz olunan suyun həcmi elə götürürlər ki, tərkibində 20-dən 200 mq qədər vanadium olsun, 2ml ammonium persulfat məhlulu əlavə edirlər və 45 dəqiqə qaynamaya yaxın temperaturda qızdırırlar.

Əgər aşağı oksidləşmə dərəcəsində olan vanadiumun və ya başqa reduksiyaedicilərin ehtimalı olduqda, bu işlənmə vanadiumun beşvalentliyinə qədər oksidləşməsində lazımdır. Sonra məhlulu ayırıcı qıfa keçirirlər 40ml xlorid turşusu, 15 ml reaktiv BFHA məhlulunu əlavə edib 1 dəqiqə silkələyirlər. Aşağı xloroform təbəqəsini içinə az miqdarda susuz  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yerləşdirilmiş 50 ml həcmli ölçü kolbasına boşaldırlar. Qıfa 10 ml reaktiv əlavə edərək ekstraksiyanı 2 dəfə təkrarlayırlar və xloroform təbəqəsini həmin kolbaya yığırlar, sonra həcmi xloroformla cizgiyə qədər çatdırırlar və qarışdırırlar. Alınan məhlulun rənginin intensivliyi 1 saata qədər saxlanılır. Onun optiki sıxlığını yoxlayıcı məhlulun nisbətində görə  $\lambda=546\text{nm}$  ölçürlər.

Vanadiumun miqdarını dərəcəli qrafikə görə tapırlar. Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün 50 ml həcmli ölçü kolbalarına 0; 2; 4; 6 və 10 ml ammonium vanadatın işçi məhlulunu töküüb, cizgiyə qədər distilə

suyu ilə durulaşdırırlar və sonra nümunənin analizi kimi davam edirlər.

## 109 Bismut

Bismut duzları bismutun əsas duzlarının çöküntüsü alınmaqla, suda asan hidroliz olunur. Xlorid ionları olduqda, hidroliz daha tam gedir və çox az həll olunan bismut xlorid çöküntüsü alınır.

Çirkab sularında sərbəst nitrat turşusunun qatılığı yüksək olduqda, bu suların maye fazasının tərkibində nəzərə çarpacaq dərəcədə bismutun miqdarı gözlənilə bilər. Turş sularında kiçik qatılıqda olan bismutun təyininə, tiokarbamidin istifadəsi ilə kifayət qədər dəqiq və seçici fotometrik metodundan istifadə olunması tövsiyə olunur.

### 109.1. Tiokarbonidlə fotometrik metod

**Metodun mahiyyəti.** Turş mühitdə tiokarbamidlə bismut  $[Bi(CSN_2H_4)]^{3+}$  ionları tərkibində olan sarı məhlullar əmələ gətirir. Alınan məhlulların optiki sıxlığını  $\lambda=470\text{nm}$  aparırlar, udulmanın molyar əmsalı  $9 \cdot 10^3$  bərabərdir. Əgər ölçü  $\lambda=322\text{nm}$ -də spektrin ultrabənövşəyi hissəsində aparılsa, həssaslığı bir neçə dəfə artırmaq olar. Məhlulu nitrat turşusu ilə də turşulaşdırıb, lazım olan həcmə qədər buxarlandırmaq olar.

### 109.2. Mane olan maddələr

Nadir hallarda suda təsadüf edilən elementlər: platin metalları, nisbətən yüksək miqdarda sürmə, tellur təyinə mane olur. Dəmir (III) askorbin turşusunu əlavə etməklə reduksiyası tövsiyə olunur.

### 109.3. Reaktivlər

- nitrat turşusu, durulaşdırılmış (1:1).
- tiokarbamid. 9 qram karbamidi 100ml distillə suyunda həll edirlər.

- bismut nitratin standart məhlulu: 20ml durulaşdırılmış (1:1) nitrat turşusunda 0,2321 qram  $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$  və ya 0,1115 qram bismut oksidini  $Bi_2O_3$  həll edib, 1litrə qədər su ilə durulaşdırırlar. Bu məhlulun 1 ml tərkibində bismutun miqdarı 0,1mq-dır.

- askorbin turşusu, 2%-li məhlul.

#### **109.4. Təyinatın gedişi**

Tərkibində 0,25mq-a qədər bismut olan çirkab suyun nümunəsini 50 ml həcmli ölçü kolbasına daxil edirlər. Bismutun qatılığı göstərilən aşağı həddən az olduqda, əvvəlcə nümunəni nitrat turşusu ilə turşulaşdırıb lazım olan həcmə qədər buxarlandırırlar.

7ml durulaşmış (1:1) nitrat turşusu, 2ml askorbin turşusu, 10ml tiokarbamid məhlullarını əlavə edib, cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar və qarışdırırlar. Optiki sıxlığı  $\lambda=470$  nm ölçürlər. Bismutun miqdarını dərəcəli qrafikindən tapırlar. Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün tərkiblərində 0,05-dən 0,25 mq-a qədər bismut olan standart məhlulun porsiyalarını 50 ml həcmli ölçü kolbasına keçirib, nümunənin analizi kimi davam etdirirlər.

#### **109.5. Natrium dietildikarbonatla fotometrik metod**

##### **Metodun mahiyyəti**

Bismut(III) ionları natrium dietildikarbonatla  $(C_2H_5)_2NCS_2Na$  daxili kompleks birləşməsi  $Bi[(C_2H_5)_2NCS_2]_3$  əmələ gətirir, axırıncı karbon tetraxlarda həll olundaqda rəngli məhlul alınır. Onun maksimal sıxlığı  $\lambda=370nm$  ( $\epsilon=8,6 \cdot 10^3$ ) –də tapılır, ölçünü  $\lambda=400nm$  aparmaq olar, lakin bu zaman udulmanın molyar əmsali bir qədər azalır ( $\epsilon=6,7 \cdot 10^3$ ) və uyğun olaraq, həssalıqda aşağı düşür.

#### **109.6. Mane olan maddələr**

Başqa kationların mane olan təsiri məhlula EDTA və (mis olduqda) kalium sionid daxil etməklə kənarlaşdırırlar.

Analiz olunan nümunənin tərkibində mis olduqda və laboratoriyada kalium sianiddən istifadə edilməsi mümkün olmadıqda, təyindən əvvəl məhlula tərkibində 5 mq dəmir(III) olan dəmir duzu əlavə edib, ammonyaki artıqlaması ilə verib dəmir (III) və bismut hidrosidlərini çökdürüb, çöküntünü ammonium duzunun məhlulu ilə yuyub, filtirdə durulaşmış turşu ilə həll edərək təyində göstərilən kimi davam etdirmək tövsiyyə olunur.

#### **109.7. Reaktivlər**

-natrium dietildikarbonat, 0,2%-li məhlul. Ammonyaki əlavə etməklə bu məhlulun pH-nı 8÷9 çatdırırlar.

- bismut duzunun standart məhlulu. 20ml durulaşmış (1:1) nitrat turşusunda 0,2321 qram  $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$  və ya 0,1115 qram



bismut oksidi  $\text{BiO}_3$  həll edib 1 litrə qədər durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1ml –də bismutun miqdarı 0,1mq-dır.

- EDTA, 10%-li məhlul.
- kalium sianid, 10%-li məhlul.
- karbon dördxlorid.

**109.8. Təyinatın gedişi.** Tərkibində  $0,02 \pm 0,5$ mq bismut olan analiz olunan məhlulə, 5ml EDTA məhlulu əlavə edirlər və 5 ml artıqlaması ilə qatı ammoniyak məhlulu əlavə etməklə neytrallaşdırırlar (alınan məhlulu  $\text{pH}=9 \div 11$  olmalıdır). Sonra lazım olduqda 5 ml sianid məhlulu və 2 ml dietilditiokarbamat məhlulu əlavə edirlər.. Məhlulu ayırıcı qıfa keçirirlər, 6ml karbon tetraxlorid əlavə edib yaxşıca çalxalayırırlar. Təbəqələşdikdən sonra karbon dördxloridin təbəqəsini qalınlığı 1 sm olan küvetə keçirib,  $\lambda=400\text{nm}$ -də təmiz həlledicinin nisbətində optiki sıxlığı ölçürlər.

Bismutun miqdarını dərəcəli qrafikdən tapırlar. Qrafiki qurmaq üçün tərkibində 0,02- dən 0,5mq- a qədər bismut olan bismut duzunun standart məhlulların porsiyalarla götürüb, analizi aparırlar.

## 110. Kadmium

Metalların qalvanik kadmiləşmə prosesinin çirkab sularının tərkibində və az miqdarda qurğuşun-sink zavodların və filiz zənginləşdirmə fabriklərində çirkab sularında da kadmium olur. Kadmium çox zəhərli olduğuna görə təbii sularda onun qatılığı 10mkq/ℓ qədər olmasına yol verilir.

### **110.1. Ditizonatlı fotometrik metod. Metodun mahiyyəti**

Metod üzvi həlledicilərdə həll oluna bilən, qələvi mühitində rəngli kadmium ditizonatın alınmasına əsaslanır. Əvvəlcə kadmium ditizonatı məhluldan ekstraksiya edirlər.

Bu zaman kadmium su təbəqəsindən qalan qurğuşun, bismut və sinkin əsas kütləsində ayrılır. Sonra kadmium ditizonatı 0,01n turşu məhlulu ilə dağıdırlar və bu üsulla onu üzvi həlledicinin tərkibində qalan turşulara qarşı davamlı olan misdən, nikeldən, kobaltdan, gümüşdən, civədən və başqa metallardan ditizonatlarından ayırırlar.

### **110.2. Mane olan maddələr**

Yuxarıda göstərilən analiz gedişatında kadmium ditizonatlar əmələ gətirən başqa metallardan ayrılır. Nümunənin əvvəlcədən nitrat və sulfat turşusu ilə işlənməsi üzvi maddələrin çoxunun mane olan təsirini kənarlaşdırılar.

### **110.3. Reaktivlər**

- iki dəfə qovulmuş distillə suyu

- kadmium duzunun standart məhlulu. Əsas məhlul. 100 ml təmiz metal kadmiumu elə (həcmdə) qatı xlorid turşusunda həll edirlər ki, distillə suyu ilə 100 ml-ə qədər durulaşdıqda, xlorid turşusunun qatılığı təqribən 1n olsun.

İşçi standart məhlulu. 1 litr həcmli ölçü kolbasına 1 ml dəqiq əsas standart məhlulunu yerləşdirib cizgiyə qədər iki dəfə qovulmuş distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1 ml-in tərkibində kadmiumun miqdarı 1 mkq-dır.

- ammonyak məhlulu. Eksikatorun dibinə qatı ammonyak məhlulu tökürlər, eksikatorun torunun üzərində iki dəfə qovulmuş distillə suyu olan qabı qoyub, eksikatoru qapaqla bağlayırlar. Kəsada alınan təmiz ammonyak məhlulunu 1 sutkadan sonra istifadə olunur.

-xlorid turşusu, 0,1n və 0,01n məhlulları.

-limon turşusu, 20%-li məhlul.

-hidroksilaminin hidroxloridi, 1%-li məhlul.

Məhlulu, bərabər həcmli bidistillatla durulaşdırıb, ditizonun karbon tetraxloridli məhlulu ilə silkələyib, təmizliyini yoxlayırlar. Üzvi təbəqə rəngsizləşməlidir və ya zəif yaşıl olmalıdır.

-karbon tetraxlorid. Satışa gedən pereparatı aşağıda göstərilən üsullardan biri ilə təmizləyirlər.

1. 1%-li hidroksilaminin hidroxlorid məhlulu hazırlayıb meti-loranjə görə ammonyakla neytrallaşdırırlar. Sonra hər 100ml  $\text{CH}_3\text{Cl}$  və ya  $\text{CCl}_4$  10 ml hazırlanan neytrallaşmış hidroksilaminə hidroxlorid məhlulu əlavə edirlər; mayeni ayırıcı qıfa keçirib, qarışdırırlar və aşağı üzvi həlledici təbəqəni boşaldırlar. Bu əməliyyatı 1-2 dəfə təkrar edirlər və belə üsulla hazırlanmış reaktivi qovucu kolbaya boşaldaraq su hamamına yerləşdirib, qovurlar.

Analizdə istifadə olunan karbon tetraxloridin (tərkibində ağır metalların ditizonları olan) regenerasiyası üçün, həlledicini əvvəlcə durulaşdırılmış (1:9) ammoniyak məhlulu ilə, sonra durulaşdırılmış (1:20) sulfat turşusu ilə işləyirlər, hər dəfə üzvi həlledicili aşağı təbəqəni boşaldırlar. Su təbəqəsini isə kənara tullayırlar. Sonra yuxarıda göstərilən kimi təmizləyərək yenidən qovmaq tövsiyyə olunur.

2. Saatlıq karbon tetraxloridi qatı sulfat turşusu ilə ( $\text{CCl}_4$ -n həcmninin 5-10%-nə qədər turşu götürürlər) rəngini dəyişməyə qədər yuyurlar və sulfat turşusunu kənar etmək üçün əhəngli məhlul ilə işləyirlər. Sonra təmizlənmiş reaktivi az miqdarda əhəngin iştirakı ilə qovurlar. Analizdə istifadə olunan karbon tetraxloridi eyni üsulla regenerasiya edirlər.

- ditizon, karbon dördxloridli məhlul. 0,2 qram ditizonu 100ml karbon dördxloridlə həll edirlər. Məhlulu 1%-li sulfat turşusu təbəqəsinin altında tünd rəngli şüşə qabda saxlayırlar. Analiz aparılan gündə məhlulu (həmin həlledici ilə durulaşdırırlar) 0,05% və 0,005%-li qatılığa qədər.

#### ***110.4. Təyinatın gedişi***

Kiçik ayırıcı qıfa tərkibində 0,5-dən 5 mkg kadmiyum olan analiz olunan çirkab suyunu töküüb, həcmi 10ml qədər bidistilatla durulaşdırırlar. Nümunədə üzvi maddələrin və sianidlərin miqdarı çox olduqda, onu əvvəlcədən nitrat və sulfat turşuları ilə təmizləyirlər.

Nümunənin 10ml-də kadmiyumun miqdarı 0,5mkg-dan az olduqda, nümunənin böyük həcmi götürüb, 10ml az olan həcmə qədər qovurlar, ayırıcı qıfa keçirib həcmi 10ml-ə çatdırırlar. Metiloranjin iştirakı ilə çirkab suyunun başqa bir porsiyasını titrləməklə neytrallaşması üçün lazım olan 0,1n turşu və ya qələvinin miqdarını tapırlar. Neytrallaşdıqdan sonra bir neçə damcı 0,1n xlorid turşusu əlavə edib turşulaşdırırlar, 2ml hidrosilamin məhlulu, 0,5ml limon turşusu məhlulu daxil edib lakmus kağızına görə ammoniyak daxil edirlər. 5ml 0,05%-li karbon dördxloriddə ditizon məhlulu əlavə edib, 2 dəqiqə silkələyirlər.

Durulduqdan sonra karbon dördxlorid təbəqəsini ikinci ayırıcı qıfa keçirirlər, su təbəqəsinə isə yenidən 5 ml ditizon əlavə edərək, ekstraksiyanı təkrarlayırlar. Bu əməliyyatı ditizon məhlulu əlavə

olunan porsiyasının analiz olunan məhlulla silkələdikdə rəngi dəyişməyə qədər davam edirlər.

Birləşmiş ekstraktları iki dəfə bidistilatın kiçik porsiyaları ilə yuyurlar və iki dəfə 0,1n xlorid turşusunun 4 ml porsiyaları ilə 3 dəqiqə silkələməklə kadmiumu çıxarırlar. Karbon dördxlorid təbəqəsini kənara tullayırlar.

Sulu məhlulu ayırıcı qıfa keçirib, onu təmizlənmiş karbon dördxloridin kiçik porsiyası ilə yuyurlar. Axırını ayıraraq, su təbəqəsinə 5 ml natrium qələvi məhlulunu əlavə edib, 2ml porsiyalar 0,005%-li ditizon məhlulu əlavə etməklə kadmiumu ekstraksiya edirlər və ekstraktı başqa ayırıcı qıfa boşaldırlar. Üzvi həlledicinin təbəqəsi analiz olunan məhlulla qarışdırdıqda rəngi çəhrayı rəng almayana qədər ekstraksiyanı davam edirlər. Bütün ekstraktları birləşdirib, onları bidistilatın kiçik porsiyası ilə yuyurlar və kiçik ölçü kolbasına keçirib, təmizlənmiş karbon dördxloridlə həcmi çizgiyə qədər çatdırıb, qarışdırırlar.

Analiz olunan nümunə ilə bərabər distillə suyu ilə bütün analiz mərhələlərindən keçərək yoxlayıcı təcrübə aparırlar.

Alınan məhlulun optiki sıxlığını  $\lambda=508\text{nm}$  -də qatın eni 2 sm olan küvetdə yoxlayıcı, məhlulun nisbətində ölçürlər. Metod çox həssasdır - udmanın molyar əmsalı  $5 \cdot 10^4$  - ə yaxındır. Məhlulun rəngi bir sutka davamlıdır. Kadmiumun miqdarını dərəcəli qrafikdən tapırlar. Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün kadmium duzunun işçi standart məhlulun 0,5; 1; 2;...; 5ml porsiyalarını götürüb hər porsiyayı 10ml-ə qədər bidistilatla durulaşdırıb, hərəsinə 5 ml natrium qələvisi həll edirlər və 0,005%-li ditizon məhlulu ilə ekstraksiya edib, sonra nümunənin analizi kimi davam edirlər.

## 111. Kobalt

### 111.1. Nitrozo -R- duzu ilə fotometrik metod

#### *Metodun mahiyyəti*

Su məhlullarında kobalt ionları nitrozo-R-duzla reaksiyaya girərək rəngli  $\text{Co}[\text{C}_{10}\text{H}_4\text{ONO}(\text{NaSO}_3)_2]_3$  birləşməsi əmələ gətirir. Reaksiyanın gedişatında kobalt(II) havanın oksigeni ilə kobalt(III) qədər oksidləşir. Reaksiyanı sirkə-asetat mühitində  $\text{pH} \approx 5,5$  aparılır.

Boyanmış maddə ilə maksimal işıq udulma  $\lambda=415\text{nm}$  olur, lakin bu dalğa uzunluğunda, istifadə olunan reaktivin işıqudması çoxdur, ona görə də ölçünü  $\lambda=415\text{nm}$ , lakin bu dalğa uzunluğunda istifadə olunan reaktivin işıqudması çoxdur, ona görə də ölçünü  $\lambda=520\text{nm}$  aparmaq tövsiyyə olunur. Bu dalğa uzunluğunda kompleksin rənginə reagentin rənginin təsiri cüzdür. Bu dalğa uzunluğunda udmanın molyar əmsalı  $1,5 \cdot 10^4$ -dür.

### **111.2. Mane olan maddələr**

Mis, nikel və dəmir nitro-R- duzla boyanmış birləşmələr əmələ gətirirlər, lakin məhlulu nitrat turşusu ilə qaynatdıqda bu birləşmələr parçalanır, kobalt birləşməsi isə dəyişmir.

Sionidlər, üzvi birləşmələrin çoxu, reduksiyaedicilər mane olduğuna görə, kobaltın təyindən əvvəlki bölmədə göstərilən işləməni aparmaq lazımdır.

### **2.111.3. Reaktivlər**

- nitrozo-R-duz, 0,1%-li sulu məhlul. Tünd rəngli şüşə qabda saxlanılır.

- kobalt duzunun standart məhlulu. Əsas məhlul yenidən kristallaşmış və havada qurudulmuş 0,4037 qram  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (0,4770 qram eyni üsulla hazırlanmış  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) distillə suyunda həll edirlər, qatılığı 1,19 q/sm<sup>3</sup> olan xlorid turşusunun 1ml əlavə edib, ölçü kolbasında 1000ml - ə qədər su ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1ml-də kobaltın miqdarı 100 mkq-dır.

İşçi məhlul. Ölçü kolbasında 5ml əsas məhlulu 500ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1ml tərkibində kobaltın miqdarı 1 mkq-dır.

-natrium asetat, 50%-li məhlul

-nitrat turşusu, durulaşmış (1:1)

### **111.4. Təyinatın gedişi**

Analiz olunan nümunəni əvvəlcədən mane olan maddələrdən təmizləyirlər. Ölçü kolbasından tərkibində 1-dən 12mkq-a qədər kobalt olan məhlulun həcmi götürüb təqribən 25 ml-ə qədər durrulaşdırırlar. 5ml nitrozo-R-duzun məhlulunu, 5ml natrium asetat məhlulu əlavə edib 1-2 dəqiqə qaynadırlar, sonra 5 ml nitrat turşusu əlavə edib yenə 1 dəqiqə qaynadırlar. Məhlulu soyudurlar,

50ml həcmli kolbaya keçirirlər, cizgiyə qədər su ilə durulaşdırıb, qarışdırırlar və  $\lambda=520\text{HM}$ -də yoxlayıcı məhlulun nisbətində optiki sıxlığı təyin edirlər. Kobaltın miqdarını dərəcəli qrafikinə görə tapırlar. Dərəcəli qrafikini qurmaq üçün tərkiblərində 1-dən 12mkq-a qədər kobalt olan işçi standart məhlulun porsiyalarını götürüb, hər porsiyanı 25 ml-ə qədər durulaşdırıb, 5ml nitrozo-R-duzu məhlulu əlavə edirlər və nümunənin analizində olan kimi davam edirlər..

## 112. Mis

Filizzənginləşdirmə fabriklərin, elektrolit misini istehsal edən zavodlarının, müxtəlif istehsalatların, qalvanik sexlərin, süni lif fabriklərin, çirkab sularında, mədən sularında misə təsadüf edilir. 1 litrdə misin qatılığı mikroqramdan qrama qədər ola bilər. Çirkab suyunda mis nisbətən yüksək qatılıqda olduqda titrometrik üsul ilə təyin olunur, az qatılıqda olduqda – üç ən selektiv fotometrik metodlarla kompleks birləşmələrin dağılması vacibdir.

### 112.1. Yüksək qatılıq üçün yodometrik metod. Metodun mahiyyəti

Əvvəlcədən kompleks birləşmələrin dağılmasından sonra məhlulda mis iki valentli kation kimi olur. Dəmir(III) mane olan təsirini kənarlaşdırmaq üçün məhlulun pH-nı 3,5÷4 gətirib, ammonium hidrotorid  $\text{NH}_4\text{HF}_2$  əlavə edirlər. Sonra kalium yodid daxil edirlər, axırncı  $\text{Cu}^{2+}$  ionları ilə reaksiyaya girdikdə, yod ayrılır. Ayrılan yodu nişastanın iştirakı ilə natrium tiosulfat məhlulu ilə titirləyirlər.

### 112.2. Mane olan maddələr

Nümunənin nitrat və sulfat turşuları ilə ilkin işlənməsi, onu mane olan üzvi maddələrdən sianidlərdən, radionidlərdən və başqalarından azad edir. Dəmirin mane təsiri ftorid- ionların əlavəsi ilə kənarlaşdırılır.

### 112.3. Reaktivlər

- sulfat turşusu, durulaşdırılmış (1:9)
- ammoniyak, durulaşdırılmış (1:1)
- ammonium ftorid a.ü.t.
- kalium yodid
- natrium tiosulfat, 0,02n standart məhlul.
- nişasta, 0,5%-li məhlul.

#### 112.4. *Təyinatın gedişi*

Nitrat və sulfat turşuları ilə işlədikdən sonra qalığı 5-10ml durulaşdırılmış (1:9) sulfat turşusunda qızdıraraq həll edirlər və məhlulu konusvari kolbaya keçirirlər. Soyuduqdan sonra ammoniyak məhlulu əlavə etməklə məhlulu dəmir (III) hidroksid alınana qədər neytrallaşdırırlar və çalışırlar ki, ammoniyakın artıqlığı olmasın (məhluldan ammoniyakın qoxusu gəlməsin). Sonra 1-2 qram ammonium hidroftorid əlavə edərək, tam həll olunana qədər qarışdırırlar, məhlul rəngsizləşir. 0,5qram kaliyum yodid əlavə edib, mikrobüretdən nişastanın iştirakı ilə göy rəng itənə qədər natrium tiosulfat məhlulu ilə titrləyirlər.

#### 112.5. *Hesabat*

Misin miqdarını (X) mq/ℓ aşağıdakı düsturla hesablayırlar:

$$X = a \cdot K \cdot 1,271 \cdot 1000 / V$$

burada:

- a* - titrləməyə sərf olunmuş natrium tiosulfat məhlulunun həcmi, ml;
- k* - tiosulfat məhlulunun qatılığını dəqiq 0,02n gətirən düzəliş əmsalı;
- 1,271 - 1ml 0,02N natrium tiosulfat məhluluna ekvivalent olan mis milliqram ədədi.
- V* - analiz olunan suyun həcmi, ml.

#### 112.6. *Qurğuşun dietilditiokarbamatla fotometrik metod. Metodun mahiyyəti*

Tərkibində mis ionları olan məhlulun 2-xlorlu karbondə (xloroformda) qurğuşun dietilditiokarbomatın rəngsiz məhlulu ilə çalxaladıqda, qurğuşun mislə əvəz olunur və alınan mis dietilditiokarbamat üzvi həlledicininin təbəqəsini sarı-qonur rəngə boyayır.

Reaksiyanı olduqca turş mühitdə (pH=1÷1,5) aparmaq olar. Bu şəraitdə üzvi həlledicininin təbəqəsinə yalnız bismut, civə və gümüş keçir, lakin axırını iki element istifadə olunan reagentlə rəngsiz birləşmələr əmələ gətirirlər, bismut birləşmələrində bismutun qatılığı 30 mkq/ℓ-dən çox olduqda rəngi nəzərə çarpacaq dərəcədə olur, burada nadir hallarda təsadüf olunur.

Bismutun miqdarı göstəriləndən çox olduqda, dietilditiokarbamatların üzvi həlledicidə alınan məhlulu 0,5 dəqiqə ərzində 25ml 5-6n HCl məhlulu ilə çalxalayrlar. Bismut birləşmələri parçalanıb, su təbəqəsinə keçir, mis birləşməsi isə üzvi təbəqədə qalır.

### **112.7.Reaktivlər**

- xlorid turşusu, durulaşdırılmış (1:1)

- qurğuşun dietilditiokarbamat, karbon 4-xlorlu məhlulu.

500 ml həcmli ayırıcı qıfa 50-100ml bidistilat yerləşdirirlər, 0,1 qram qurğuşun asetat k.t. əlavə edib, həll olunana qədər qarışdırırlar və bidistilatda 0,1 qram natrium dietilditiokarbamat həll olunmuş məhlulu əlavə edirlər. Qurğuşun dietiltiokarbamatın ağ çöküntüsü alınır.

250 ml dördxlorlu karbon əlavə edib, çalxalayrlar, çöküntü dördxlorlu karbondə həll olunur. Su təbəqəsinə ayırıb, tullayırlar, üzvi təbəqəni quru kağız filtirdən süzüb, 500ml həcmli ölçü kolbasına yığırlar. Alınan məhlulu nişana qədər karbon dördxlorlu durulaşdırırlar və tünd rəngli şüşə qaba keçirirlər. Belə qabda reaktiv üç ay saxlanıla bilər.

- mis sulfatın standart məhlulu. Əsas məhlul. 0,200 qram mis folqanı (nazik metal təbəqəsinə) və ya mis məftili a.ü.t. 10ml durulaşdırılmış (1:1) nitrat turşusunda həll edirlər. Həll olduqdan sonra 1ml qatı sulfat turşusunun buxarı çıxana kimi buxarlandırılırlar. 20°C-də məhlulun həcmi 1 litrə çatdırılırlar; məhlulun 1ml-də misin miqdarı 0,200mq-dır.

İşçi məhlul I. Əsas məhlulun 250ml-ni 1 litrə qədər durulaşdırırlar, məhlulun 1ml-ni tərkibində misin miqdarı 0,50mq-dır.

İşçi məhlul II. I işçi məhlulun 20ml 1 litrə qədər durulaşdırılırlar, məhlulun 1ml-in tərkibində misin miqdarı 0,001mq-dır.

Bütün reaktivlərin hazırlanmasında, nümunənin durulaşdırılmasında və istifadə olunan qabları şüşə cihazda hazırlanan bidistilatdan istifadə olunur.

### **2.112.8.Təyinatın gedişi**

Əvvəlcədən təmizlənmiş nümunədən 200ml həcmli ayırıcı qıfa elə həcmdə məhlul yerləşdirirlər ki, tərkibində 0,2-dən 5mqq-a qədər mis olsun.(Əgər analiz olunan çirkab suyun nümunəsinin tərkibi



bində sianidlər və mislə kompleks birləşmələri əmələ-gətirən başqa maddələr olmadıqda, ilkin təmizləmənin aparılması lazım olmur).

Məhlulu təqribən 100 ml qədər durulaşdırıb, 5 damcı durulaşdırılmış xlorid turşusu əlavə edirlər və büretkadan dəqiq 1 və ya 2 ml dördxlorkarboqda qurğuşun dietilditiokarbamat məhlulunu daxil edirlər. Qarışığı 2 dəqiqə çalxalayirlar.

Təbəqələşmədən sonra üzvi təbəqəni qapaqla təhciz olunmuş fotometr küvetinə boşaldıb, dərhal  $\lambda=430\text{nm}$ -də optiki sıxlığını ölçürlər. Küvetdə olan qatın qalınlığı, rəngin intensivliyindən asılı olaraq, 1-dən 5 sm-ə qədər olmalıdır. Misin miqdarını dərəcəli qrafikə görə tapirlar.

Dərəcəli qrafiki qurmaq üçün II işçi standart məhluldan 0; 2,0; 3,0; 10,0;...; 20,0ml götürüb, hər məhlulun həcmi distilə suyu ilə 100ml-ə çatdırirlar və nümunənin analizində olduğu kimi, davam edirlər.

### **112.9.Ersilon pikraminlə fotometrik metod.**

#### **Metodun mahiyyəti**

Misin iki valentli ionları zəif turşulu mühitdə epsilon pikraminlə moruğu-qırmızı rəngə boyamış kompleks birləşmələr əmələ gətirirlər.  $\lambda=550\text{nm}$ -də işıq udma maksimuma çatır. Işıq udmanın molyar udma əmsalı  $44,5 \cdot 10^3$ -ə bərabərdir. Reaksiyanı HCl, HNO<sub>3</sub> və ya H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mühitində aparmaq olar. Hər bir halda optimal turşuluq 0,04÷0,2N olmalıdır.

### **112.10.Mane olan maddələr**

Sianidlərin, rodanidlərin və mislə kompleks əmələ gətirən üzvi maddələrin mane olan təsiri nümunənin nitrat və sulfat turşuları ilə ilkin işlənməsi ilə kənarlaşdırirlar. İstifadə olunan reaktivlə reaksiyaya girən, başqa elementlərin mane olan təsiri uyğun kompleks əmələgətiricilərin daxil edilməsi ilə aradan qaldırıla bilər.

### **112.11.Reaktivlər**

- ersilon pikramin, 0,2%-li sulu məhlul.
- fosfat turşusu, qatı.
- xlorid turşusu, 5n məhlul
- askorbin turşusu
- nitrat turşusu, qatı

- çaxır (tartrat) turşusu, 10%-li məhlul
- mis duzunun standart məhlulu

### **112.12. Təyinatın gedişi**

Tərkibində 0,5-dən 40 mq-a qədər mis olan nümunənin porsiyasını (mislə kompleks birləşmələr əmələ gətirən üzvi və başqa maddələrin parçalanmasından sonra alınan məhlulun) 25 ml həcmli ölçü kolbasına yerləşdirirlər, 1ml 5n HCl məhlulu və şpatelin ucunda azca askorbin turşusu əlavə edib, 1 ml fosfat turşusu, 2ml 10%-li çaxır turşusu məhlulunu əlavə edib, qarışdırırlar və 5 dəqiqədən sonra 1 ml 0,2%-li epsilon pikramin məhlulu əlavə edirlər.

Cizgiyə qədər distillə suyu töküüb, qarışdırırlar və 10 dəqiqədən sonra  $\lambda=550\text{nm}$ -də optiki sıxlığı ölçürlər (misin miqdarından asılı olaraq layın qalınlığı 1÷5sm olan küvetlərdən istifadə olunur).

Optiki sıxlığı müqayisə məhlulun nisbətində ölçülür. Müqayisə məhlulun tərkibində bütün adları sayılmış reagentlər və analiz olunan məhlul daxil olunur, lakin epsilon pikraminlə misin kompleksini dağıtmaq üçün, tiokarbamidin 4%-li məhlulu 2ml əlavə olunur.

Misin miqdarını dərəcəli qrafikdən tapırlar. Qrafiki qurmaq üçün əgər layın qalınlığı 5sm olan küvetdən istifadə olunursa, tərkibində 0,5-dən 10mq-a qədər mis olan misin standart məhlulunun porsiyaları götürülür, əgər layın qalınlığı 1 sm olan küvetdən istifadə olunmursa onda 1-dən 40 mq-a qədər götürülür və standart məhlulun bu porsiyaları təyinatın gedişini bütün mərhələlərindən keçirirlər.

## **113. Neokuprinlə fotometrik metod**

### **113.1. Metodun mahiyyəti**

Hidroksilamin hidroxloridi əlavə etməklə  $\text{Cu}^{2+}$  ionlarını  $\text{Cu}^{+}$  ionlara qədər reduksiya edirlər.  $\text{Cu}^{+}$  ionları neytral və zəif turşu mühitində kompleks birləşmələr əmələ gətirirlər, bu birləşmədə hər bir mol  $\text{Cu}^{+}$  2 mol neokuprin düşür. Bu birləşmə müxtəlif üzvi həlledicilərlə, o cümlədən, xloroformla ekstraksiya oluna bilər. Ekstraktı metanolla qarışdırıb, alınan məhlulun optiki sıxlığını  $\lambda=457\text{nm}$ -də ölçürlər;  $\epsilon=8 \cdot 10^3$ .

Mis üçün bu reaksiya spesifikdir, su mühitində onu  $\text{pH}=3\div 9$  aparmaq olar. Alınan məhlullar bir neçə gün dəyişmir.

### **113.2. Mane olan maddələr**

Reaksiya mis üçün spesifik olduğuna görə, tələb olunan pH-in qiymətində hidrokسيد halında çökə bilən metalları tartrat əlavə edirlər və onları kompleks birləşmələrinə çevirərək mane olan təsirinə kənarlaşdırırlar. Əvvəlki təyin metodlarında olduğu kimi, misin sianid-rodanid ionları və üzvi maddələrlə kompleks birləşmələrini nitrat və sulfat turşusu ilə qaynadaraq, dağıtmaq lazımdır.

### **113.3. Reaktivlər**

Distillə suyu, şüşə qabda ikiqat qovulmuş və ya kationitlərdən keçirilmiş bu sudan bütün reaktivlərin hazırlanmasında, nümunəni durulaşdırmaq üçün və istifadə olunur. Adi distillə suyunun tərkibində həmişə mis olur.

- mis duzunun standart məhlulu  
- hidrosilaminin hidroxloridi, 50 qram  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ , 450ml bidistilatda həll edirlər

- natrium sitrat, məhlul. 150 qram  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  400ml bidistilatda həll edirlər. 5ml hidrosilaminin hidroxlorid məhlulu və 10 ml neokuproin məhlulu əlavə edirlər. Reaktivləri çirkəndirən misi xaric etmək üçün 50 ml xloroformla ekstraksiya aparırlar və xloroform təbəqəsini kənara tullayırlar.

- Ammonyak, 5N məhlul. 375 ml qatı 25%-li ammonyak məhlulunu 1 litrə qədər bidistilatla durulaşdırırlar.

- İndikator kağızı. Kanqə qırmızı kağız və ya bir başqa  $\text{pH}=4\div 6$  intervalda rəngini dəyişən kağız.

- Neokuproin məhlulu. 100 qram neokupronini 100 ml metanolda həll edirlər. Adi şəraitdə bu reaktivin saxlanma müddəti bir aydır.

- Xloroform. Onun metal qalıqlarla təmasda olmasına yol verilməməlidir və ya əvvəlcədən qovulmalıdır.

- Metanol

- Nitrat turşusu

### **113.4. Təyinatın gedişi**

250 ml həcmli stəkana 100ml nümunə daxil edib, nitrat və sulfat turşusu ilə işləyirlər.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  buxarlandıqdan sonra 80ml bidistilat əlavə edirlər və qaynayana qədər qızdırırlar. Sonra soyudub 100 ml həcmli ölçü kolbasına süzürlər, stəkanın divarlarını və filtri yuyur-

lar və həcmi cizgiyə çatdırırlar. Tərkibində 2-dən 200mkq-a qədər mis olan pipet vasitəsi ilə 50 ml və ya başqa həcmdə alınan məhluldan götürüb, ayırıcı qıfa keçirirlər. Əgər həcm 50ml-dən az olduqda bu həcmə qədər bidistillat əlavə edirlər. 5ml hidrosilamin hidroxlorid məhlulu, 10ml natrium sitrat məhlulu əlavə edib, yaxşı çalxalayirlar.

Sonra 1ml həcmli porsiyalarla ammoniyak məhlulunu indikator kağızı  $pH=4-6$  intervalda göstərən vaxta qədər daxil edirlər.

10ml neokuproin məhlulu və 10ml xloroform əlavə edərək, qıfı tıxacla bağlayıb 30 saniyə çalxalayirlar. Təbəqələşdikdən sonra su təbəqəsi daxil olmamaq şərti ilə xloroform təbəqəsini 25ml həcmli ölçü kolbasına boşaldırlar. 10ml xloroform əlavə etməklə ekstraksiyanı təkrarlayirlar, alınan ekstraktı birinci ekstrakta əlavə edib, nişana qədər metanol tökürlər və qarışdırırlar. Alınan məhlulun optiki sıxlığını  $\lambda=457nm$  ölçürlər. Misin miqdarı 40-200mkq olduqda qatın qalınlığı 1sm olan küvetlərdən, aşağı miqdarda isə qatın qalınlığı 5sm olan küvetlərdən istifadə olunur.

Ölçünü 50ml bidistillatla hazırlanmış yoxlayıcı məhlulun nisbətində aparırlar.

Misin miqdarı dərəcəli qrafikə görə təyin edirlər. Qrafiki qurmaq üçün tərkibində 4-dən 200mkq qədər mis olan porsiyaları götürüb, 50ml-ə qədər bidistillatla durulaşdırırlar, 1ml  $H_2SO_4$  əlavə edib, nümunənin analizində olduğu kimi davam edirlər.

## 114. Qalay

Adətən suların tərkibində qalayın miqdarı çox az olur.  $Sn^{II}$  və  $Sn^{IV}$  ionları insanlar üçün zəhərli sayılır, lakin tərkibində qalay olan elə üzvi birləşmələr olur ki, onlar yüksək dərəcədə zəhərlidir, buna görə də nümunədə olan üzvi maddələrin dağıtma prosesini, təyindən əvvəl aparmaq lazımdır.

Qalayın təyini üçün pirokatexinlə bənövşəyi ekstraksiya-fotometrik metod təklif olunur.

### ***114.1. Pirokatexinlə bənövşəyi ekstraksiya-fotometrik metod. Metodun mahiyyəti***

Nitrat və sulfat turşusu ilə  $H_2SO_4$  ağ buxarı alınana qədər buxarlanmasından sonra qeyri üzvi və üzvi birləşmələrdə olan qalay (IV) sulfata çevrilir. Onu  $SnJ_4$  halda toluola ekstraksiya edib, mane

olan elementlərdən ayrılaraq, su fazasına ekstraksiya edirlər. Alınan rəngli kompleks birləşməsinin məhlulunun optiki sıxlığını ölçürlər.

#### **114.2. Mane olan maddələr**

Qalayın təyininə mane ola bilən elementləri ilkin ekstraksiya ilə ondan ayırırlar.

#### **114.3. Reaktivlər**

- sulfat turşusu, 9n məhlul. 500ml distillə suyuna 250ml olan sulfat turşusu əlavə edib, qarışdırırlar, soyudurlar və ölçü kolbasında su ilə 1litrə qədər durulaşdırırlar.

- kalium yodid. 5n məhlul. 83 qram kalium yodidi distillə suyunda həll edib 100ml-ə qədər durulaşdırırlar.

- toluol, a.ü.t.

- natrium qələvisi, 5n və 0,1n məhlullar

- xlorid turşusu, 5n məhlul

- askorbin turşusu, 5%-li təzə hazırlanmış məhlul

- bənövşəyi pirokatexin, 0,05%-li məhlul, saxlama müddəti 1 həftə .

- natrium asetat,  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , 2%-li məhlul.

- ammoniyak, 5n məhlul.

Qalay duzunun standart məhlulları. Əsas məhlul. 0,100 qram metallik qalayı 20ml qatı sulfat turşusunda həll edib və ağ buxarlar alınana qədər buxarlandırırlar. Soyudurlar və distillə suyu ilə həcmi 150ml çatdırırlar. Sonra 65ml qatı sulfat turşusu əlavə edib soyudurlar. Alınan məhlulu 500ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər cizgiyə qədər distillə suyu töküüb, qarışdırırlar. Alınan məhlulun 1ml tərkibində qalayın miqdarı 200 mkq-dır.

İşçi məhlul. Əsas standart məhlulun 5ml-ni 100ml qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1 ml tərkibində qalayın miqdarı 10 mkq-dır. Bu məhlul hazırlandığı gündə istifadə olunmalıdır.

#### **114.4. Təyinatın gedişi**

Tərkibində 3-dən 30mkq-a qədər olan analiz olunan suyu nümunəsinə 25 ml 9n sulfat turşusu əlavə edib, kiçik həcm qalana qədər buxarlandırırlar, 1-2 ml qatı nitrat turşusu əlavə edib qızmanı  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ağ buxarları çıxana qədər davam edirlər. Soyudub 25ml su

əlavə edirlər, qarışdırırlar və məhlulu miqdarca ayırıcı qıfa keçirirlər. 2,5ml kalium yodid məhlulu əlavə edirlər, qarışdırırlar, 10ml toluol əlavə edib 2 dəqiqə möhkəm çalxalayirlar, təbəqələsmədən sonra su fazasını ayırırlar. Üzvi həlledicinin təbəqəsini qarışdır-mayaraq 5 ml yuyucu məhlulla yuyurlar (yuyucu məhlulu hazırlamaq üçün 25ml 9n sulfat turşusunu 2,5 ml kalium yodid məhlulu ilə qarışdırırlar).

Yuyucu suları kənara tullayırlar. Toluol təbəqəsinin rəngi çəhrayı olmalıdır.

Ekstraksiya başlayır. Bunun üçün toluol təbəqəsini 5ml distillə suyu ilə işləyirlər və rəngi itənə qədər damcı-damcı 5n natrium qələvisini daxil edirlər. (8-10 damcı kifayət olur). Sonra iki damcı da əlavə edirlər. 30 saniyə çalxalayirlar. Təbəqələşdikdən sonra su təbəqəsini 50ml həcmli stəkana boşaldırlar. Ekstraksiyanı təkrarlayirlar, bunun üçün 3ml 0,1n natrium qələvisindən istifadə edirlər və alınan su fazasını əvvəlkinə əlavə edirlər. Toluol təbəqəsini saxlayirlar.

Su məhlulunu 2,5ml 5n xlorid turşusu ilə turşulaşdırırlar və ayrılan yodu damcı ilə askorbin turşusunu əlavə etməklə rəngsizləşdirirlər. 2ml pirokatevin bənövşəyi məhlulu əlavə edib, qarışdırırlar. Saxlanmış toluol təbəqəsini qarışdırmayaraq, 5ml natrium asetat məhlulu ilə yuyurlar və yuyucu suları stəkanda olan məhlulla əlavə edirlər. Qarışdırırlar və  $pH=3,8$  olana qədər 5n ammoniyak məhlulu əlavə edib, məhlulu 25ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər. Cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, qarışdırırlar və 30 dəqiqədən sonra alınan məhlulun sıxlığını  $\lambda=552nm$ -də ölçürlər. Təyinin nəticəsini dərəcələnmə qrafikinə görə tapırlar. Qalay duzunun standart işçi məhlulundan 0; 0,5; 1,0; 2,0; 2,5 və 3ml götürürlər, hərəsinin həcmi distillə suyu ilə 7 ml-ə çatdırırlar. 1ml 5N natrium qələvisi, sonra 2,5ml 5n xlorid turşusu əlavə edirlər. 2ml pirokatexin bənövşəyi məhlulu, 5ml natrium asetat məhlulu və  $pH=3,7-3,9$  olana qədər 5n ammoniyak məhlulu əlavə edirlər. Tərkiblərində 0; 5; 10; 15; 20; 25 və 30mkq qalay olana rəngli məhlullar alınır.

Bu məhlulları 25ml həcmli ölçü kolbalarına keçirirlər, cizgiyə qədər distillə suyu töküüb, qarışdırırlar və 30 dəqiqədən sonra  $\lambda=552nm$  onların optiki sıxlıqlarını sıfır olan məhlulun fonunda ölçürlər.

## 115. Civə

Civənin yol verilən miqdarı cüzi olduğuna görə onları təyin etmək üçün həssas metodlar tələb olunur. Bunun üçün iki variant ditizon metodu təklif olunur.

### 115.1. Ditizonla ekstraksiya titrometrik metodu.

#### *Metodun mahiyyəti*

Civə ionları turş mühitdə ditizonla  $\text{CHCl}_3$  və ya  $\text{CCl}_4$  –da həll olunan, narıncı-sarı ditizonat  $\text{Hg}(\text{HDz})$  məhlulu əmələ gətirir.

Metodun bu variantda analiz olunan məhlulu ditizon məhlulu ilə titrləyirlər. Ditizonu kiçik porsiyalarla əlavə edirlər, hər əlavədən sonra çalxalayrlar və üzvi həlledici təbəqəsini ayırırlar. Titr-ləməni bu təbəqənin rəngi sarıdan yaşıla keçənə qədər davam edir-lər.

### 115.2. Mane olan maddələr

Təyinə qızıl, palladium və gümüş mane olur. Birinci iki element çox nadir hallarda təsadüf olunur, gümüşü isə gümüş xlorid halında təyinin əvvəlində kənarlaşdırmaq daha yaxşıdır.

$\text{pH} \approx 4$  mane ola bilən misi, sinki, qurğuşunu və nikeli EDTA ilə maskalandırırlar. Civə ionları ilə kompleks və həll olunmayan bir-ləşmələr əmələ gətirən sulfid-, yodid-, sianid-, radonid- və xlor- ion-ları təyinə mane olur. Onları kənarlaşdırmaq üçün əvvəlcə məhlulu sulfat turşusu ilə ağ buxar alınana qədər qovurlar. Əlavə olaraq oksidləşdiricinin olması lazımdır. Civənin miqdarı çox az olduqda, nümunənin təyindən əvvəl buxarlandırırlar. Civənin itgisinin qarşı-sını almaq üçün, bir neçə damcı  $\text{Na}_2\text{S}$  əlavə etməklə, nümunənin qələviləşdirilməsi tövsiyyə olunur.

### 115.3. Reaktivlər

- ditizon,  $\text{CCl}_4$  və ya  $\text{CHCl}_3$ -də 0,002%-li məhlul. 0,2 qram ditizonu 100ml xloroformda və ya karbondördxlorda həll edirlər. Məhlulu tünd rəngli şüşədə 1%-li sulfat turşusu təbəqəsinin altında saxlayırlar. Təyin aparılan gündə eyni həlledici ilə 100 dəfə durru-laşdırırlar (0,002%-li qatılığa qədər). Çirklənmiş ditizon prepara-tından istifadə olunduqda, təmizlənməni aşağıdakı üsulla aparırlar. 30-dan 40 qrama qədər ditizonu 10ml üzvi həlledicidə həll edib, həll olunmayan çöküntüdən ayırmaq üçün süzülər və süzülmüş məhlulu

durulaşdırılmış (1:100) ammonyak məhlulunun bir neçə porsiyaları ilə çalxalayrlar. Ditizon sarı rəngli ilkin ammonium ditizonatı şəklində su təbəqəsinə keçir, onu oksidləşmiş məhsulları üzvi həlledici təbəqəsində qalırlar və onu sarı və ya qonur rəngə boyayırlar. Bütün ammonyak ekstraktlarını ayırıcı qıfa yığırlar və 50-100ml üzvi həlledici daxil edirlər, 1%-li sulfat turşusu ilə turş reaksiyaya qədər turşulaşdırırlar və çalxalayrlar. Ayrılmış ditizon üzvi həlledicinin təbəqəsinə keçir. Ditizonun oksidləşmə məhsulları alınmasının qarşısını almaq üçün, qələvi məhlulların uzun müddətdə havada qalmasına yol verilməməlidir, ammonyak ekstraktların turşu ilə işlənilməsi dərhal onların alınmasından sonra aparılmalıdır.

Sonra üzvi həlledicidə ditizon məhlulunu ayıraraq eyni həlledici ilə 500ml qədər durulaşdırırlar. Bu məhlulun 100ml-də təqribən 6-7 mq ditizon olur, onu 1%-li sulfat turşusu təbəqəsinin altında kip tıxacla bağlanan tünd rəngli şüşə qabda saxlayırlar. Bu şəraitdə məhlulu bir neçə ay titrini saxlayır.

İstifadədən əvvəl məhlulu eyni üzvi həlledici ilə 0,002%-li qatılığa qədər durulaşdırırlar və onun titrini nümunənin təyində olan bütün mərhələlərdən keçirilmiş standart civə duzunun məhlulu ilə təyin edirlər.

- asetat bufer məhlulu. 1n sirkə turşusunun və 1n natrium asetat məhlulların eyni həcmələrini qarışdırırlar.

- EDTA, 0,1M məhlul. 37,2 qram preparatı suda həll edib 1 litrə qədər durulaşdırırlar.

- metiloranj, 0,1%-li məhlul

- natrium sulfid,  $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , doymuş məhlul.

- civə duzunun standart məhlulu. Əsas məhlul. 0,1353 qram  $\text{HgCl}_2$  bidistilatda həll edirlər, 30ml qatı xlorid turşusu əlavə edirlər və eyni su ilə 1 litrə qədər durulaşdırırlar. Alınan məhlulun 1ml tərkibində  $\text{Hg}^{2+}$  miqdarı 0,100mq-dır.

İşçi məhlul. 10ml əsas məhlula 3 ml qatı xlorid turşusu əlavə edib bidistillatla 1 litrə qədər durulaşdırırlar. Bu məhlulu bilavasitə istifadəsindən əvvəl hazırlayırlar. Məhlulun 1ml tərkibində civənin miqdarı 1mq-dır.

#### **115.4. Təyinatın gedişi**

Tərkibində civənin miqdarı 2mq çox olmayan 10-250ml nümunədən götürüb, 500ml həcmli stəkana yerləşdirirlər və  $\text{pH}=13-14$  olana qədər NaOH məhlulu əlavə edirlər. Sonra 3-4 damcı



natrium sulfidin doymuş məhlulunu əlavə edirlər, 10-20 ml həcmə qədər buxarlandırırlar və miqdarca 250ml həcmli konusvari kolbaya keçirirlər (analiz üçün 20ml və ya ondan az nümunə götürdükdə onu birbaşa konusvari kolbaya yerləşdirirlər). Kolbada buxarlanmanı 2-3ml həcmə qədər davam etdirirlər, 1qram kalium permanqanat töküb, ehtiyatla 15 ml durulaşdırılmış (2:1) sulfat turşusu əlavə edirlər, kolbanı borusu kəsilmiş şüşə qıfla ölçülər və yavaş-yavaş qızdırırlar. Ağ buxarlar ayrıldıqda qıfa götürürlər və 1 saata qədər qızdırmanı davam edirlər. Soyudurlar və ehtiyatla 10 ml distillə suyu ilə kolbadan götürülmüş qıfın divarlarını kolbaya yuyurlar, qarışdırırlar və məhlul şəffaflaşana qədər damcı-damcı hidrogen peroksid əlavə edirlər (manqan dioksidin reduksiyası), yenə 30ml su əlavə edib, piroksidi dağıtmaq üçün məhlulu qaynadırlar 100 ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər, lazım olduqda həll olunmamış çöküntünü ayırırlar.

Məhlulun həcmi distillə suyu ilə cizgiyə çatdırıb qarışdırırlar, tərkibində 10 qramdan çox civə olmayan məhlulun həcmi 200ml həcmli ayırıcı qıfa keçirib, təqribən 50 ml-ə qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, 10ml EDTA məhlulu, 1 damcı metiloranj məhlulu və rəngin çəhrayından sarıya keçənə qədər natrium hidroksid məhlulu əlavə edirlər. 10ml asetat bufer məhlulu əlavə edib, soyudurlar və ditizon məhlulu ilə titrləyirlər. Titrleməni aşağıda göstərilən kimi aparırlar: mikrobüretdən 1 ml ditizon məhlulu töküb, 1 dəqiqə qarışdırırlar, təbəqələşdikdən sonra tərkibində civə ditizonat olan üzvi həlledicinin təbəqəsini ayırırlar. Hər dəfə 1ml ditizon məhlulu əlavə etməklə və ekstraktları yeni sınaq şüşələrinə yığaraq, titrləməni ekstraktın narıncı-sarı rəngi yaşıl rəngə keçənə qədər təkrar edirlər. İçində narıncı rəngə boyanmış ekstrakt olan sınaq şüşələrin miqdarını hesablayıb, titrləməyə sərf olunmuş ditizon məhlulun həcmi ml-lə tapırlar. Qarışıq rəngli sınaq şüşəsini 0,5ml ditizon məhluluna uyğun hesab edirlər, rəng yaşıla yaxın olduqda, sınaq şüşəsinin içindəki məhlulu nəzərə almırlar.

### 115.5. Hesabat:

Civənin miqdarını (X) mq/l aşağıdakı düsturla təyin edirlər:

$$X = a \cdot T \cdot 1000 \cdot 100 / V \cdot V_1$$

burada:

*a* - titrləməyə sərf olunan məhlulun həcmi (sınaq şüşələrinin

- miqdarı), ml;*  
*T - civə duzunun standart məhluluna görə təyin olunmuş ditizon məhlulunun titri, mq/ml;*  
*V - analiz üçün götürülmüş çirkab suyun həcmi, ml;*

$V_1$ - titrləmə üçün götürülmüş məhlulun həcmi, ml.

## 116. Ditizonla fotometrik metod

### 116.1. Reaktivlər

Hidroksilamin sulfat, 10%-li məhlul. 10qram reaktivi 90 ml bidistilatda həll edirlər.

### 116.2. Təyinatın gedişi

100 ml ölçü kolbasından lazım olan məhlulun hissəsini götürülənə qədər əvvəlki bölmədə təsvir olunan kimi təyin olunur. Götürülən porsiyanı 250 ml həcmli ölçü kolbasına keçirirlər 50 ml qədər distillə suyu ilə durulaşdırırlar, 10ml EDTA məhlulu, bir damcı metiloranj məhlulu əlavə edirlər və indikatorun rəngi dəyişənə qədər natrium hidrokسيد məhlulu ilə neytrallaşdırırlar, 10ml asetat bufer məhlulu, 1ml hidroksilamin sulfat məhlulu, 20ml ditizon məhlulu əlavə edib 5 dəqiqə çalxalayirlar. Ayrılmış üzvi həlledici təbəqəsini borusuna pambiq taxılmış qıfandan fotometrin küvetinə süzürlər və optiki sıxlığını  $\lambda=490\text{nm}$  bütün istifadə olunan reaktivlərlə aparılan yoxlayıcı təcrübənin məhluluna nisbətində ölçürlər,  $E=7 \cdot 10^4$ . Təyinatın nəticəsini dərəcəli qrafikindən tapırlar. Dərəcəli qrafikini qurmaq üçün 0; 0,5; 1,0; 2,0; ...; 10,0ml civə duzunun işçi standart məhlulundan götürüb, hərəsini 50ml qədər su ilə durulaşdırırlar, ayırıcı qıfa keçirilər və yuxarıda göstərilən bütün reaktivləri əlavə edirlər, ditizonun ekstraksiyasını aparırlar və optiki sıxlığı ölçürlər.

## 117. Qurğuşun

Filizzənginləşdirən fabriklərin, bəzi metallurqiya zavodların və başqa çirkab suların tərkibində qurğuşun olur. Onun orqanizmində yığılma qabiliyyəti və çox zəhərli olduğuna görə, onun miqdarına nəzarət çox əhəmiyyətlidir. Tərkibində yüksək miqdarda qurğuşun olan sularda təsadüf olunur.

### **117.1. Xromatlı fotometrik metod. Metodun mahiyyəti**

Tədqiqat olunan suya sink sulfid suspenziyasını əlavə etməklə qurğuşunu sulfid şəklində ayırırlar, bu üsulla qurğuşunu gələcəkdə onun təyininə mane ola bilən dəmirdən ayırırlar. Çöküntünü xlorid turşusunda həll edirlər (həllin sonunda 1-2 damcı nitrat turşusu əlavə edirlər) və  $PbCrO_4$  və ya  $K_2Pb(CrO_4)_2$  şəklində çökdürürlər. Yuyulmuş çöküntünü xlorid turşusunda həll edib və alınan məhlulda xromat ionları difenilkarbazidlə fotometrik metodu ilə və ya yodometrik titrləmə ilə təyin edirlər.

### **117.2. Mane olan maddələr**

Metod spesifikdir: qurğuşunun xromat şəklində ayrılmasına mane ola bilən elementlər, əvvəlcədən sink sulfidlə çökdürərək, kənarlaşdırılır.

### **117.3. Reaktivlər**

Sink sulfid suspenziyası. 25 qram sink xloridi 100ml distillə suyunda həll edirlər və sinki natrium sulfid məhlulu ilə çökdürürlər, axırını elə miqdarda əlavə edirlər ki, götürülən sink xloridin böyük hissəsi məhlulda qalsın (məs. 25qram sink xloridə 42 qram  $Na_2S \cdot 9H_2O$  əlavə edirlər). Sink sulfid çöküntüsünü 3-4 dəfə dekantasiya üsulu ilə yuyurlar, filtirə keçirirlər və yenə 4-5 dəfə filtirdə yuyurlar. Sonra distillə suyu ilə kip tıxacla bağlanan şüşə qaba yuyurlar və 200 ml qədər su ilə durulaşdırırlar ;

- sulfat turşusu, durulaşdırılmış (1:99) məhlul;
- xlorid turşusu, durulaşdırılmış (1:3) məhlul;
- nitrat turşusu, sıxlığı  $1,4 \text{ q/sm}^3$ ;
- ammonium xlorid
- ammoniyak,  $0,91 \text{ q/sm}^3$  sıxlıqlı məhlul
- fenol qırmızı, 0,1%-li məhlul
- sirkə turşusu susuz, durulaşdırılmış (1:1) məhlul;
- ammonium asetat, 40%-li və 0,4%-li məhlullar
- kalium xromat, 30%-li məhlul
- difenilkarbazid, 0,02%-li məhlul
- xlorid məhlulu (qurğuşunun yüksək miqdarının təyində

lazım olur).

100ml doymuş natrium xlorid məhluluna 15 ml su və 10 ml sıxlığı  $1,19 \text{ q/sm}^3$  olan xlorid turşusu əlavə edirlər.

#### 117.4. Təyinatın gedişi

Analiz olunan çirkab suyun həcmi ilə götürürlər ki, tərkibində qurğuşunun miqdarı 0,01-dən 0,1mq-a qədər olsun, nümunəni metiloranja görə neytrallaşdırırlar; nümunəyə 1ml sulfat turşusu və 0,5ml çalxalanmış sink sulfid suspenziya əlavə edirlər. Şüşə çubuqla arəbir qarışdıraraq 1 saat saxlayırlar. Sonra çöküntünü süzürlər, çöküntü ilə filtiri 25ml həcmli stəkanın divarında hamarlayırlar (açırlar), filtirdən çöküntünü su ilə yuyub, 3ml xlorid turşusunda həll edib və hidrogen sulfidi kənarlaşdırmaq üçün məhlulu qaynadırlar. Sonra 2-3 damcı nitrat turşusu əlavə edib, 1,5÷2ml həcmə qədər qovurlar və sentrifuqa sınaq şüşəsinə keçirirlər. Stəkanı qaynar su ilə yaxalayırlar və yuyucu suları sentrifuqa sınaq şüşəsində olan məhlulə əlavə edirlər (qurğuşunun çökdürməsindən əvvəl məhlulun həcmi 4 ml-dən az olmamalıdır, əks halda onu buxarlandırmaq lazımdır). 100-150mq ammonium xloridi əlavə edib, fenol qırmızı indiqatorun iştirakı ilə moruğu rəng alınana qədər ammoniyak məhlulu ilə neytrallaşdırırlar və məhlulə fenol qırmızı rəngi narıncı rəngə (pH=6,8-7,0) keçənə qədər məhlulə susuz sirkə turşusu əlavə edirlər. «Sonra eyni» sirkə turşusundan 0,5ml əlavə edirlər, və ya 1ml 40%-li ammonium asetat məhlulu əlavə edirlər. 1ml kalium xromat məhlulunu əlavə edərək, kolbanın içindəkini qarışdırırlar və bir neçə saat saxlayırlar. Sonra sentrifuqlayırlar və ayrılmış çöküntünü  $PbCrO_4$  və ya  $K_2Pb(CrO_4)_2$  3 dəfə 4ml porsiyalarla 0,4%-li ammonium asetat məhlulu ilə yuyurlar. Hər dəfə sentrifuqlaşmadan sonra sifon vasitəsi ilə yuyucu məhlulu boşaldırlar. Çöküntünü 3ml xlorid turşusunda həll edirlər və dərəcəli sınaq şüşəsinə keçirirlər. Sentrafuqanın sınaq şüşəsini diqqətlə yuyub, yuyucu suları həmin dərəcəli sınaq şüşəsinə boşaldırlar, məhlulun həcmi müəyyən həcmə qədər durulaşdırırlar (məs, 10ml qədər) və ona 10ml difenilkarbazid məhlulu əlavə edirlər. 10 dəqiqədən sonra məhlulu fotometrin küvetinə keçirib, onun optiki sıxlığını  $\lambda=540nm$  ölçürlər. Qurğuşun  $PbCrO_4$  şəklində çökdürüldükdə udulmanın molyar əmsalı  $18 \cdot 10^3$  bərabərdir,  $K_2Pb(CrO_4)_2$  isə  $36 \cdot 10^3$ . Sifir məhlulu hazırlamaq üçün 3ml durulaşdırılmış xlorid turşusuna 10ml difenilkarbazid məhlulu əlavə edirlər və analiz olunan suyun durulaşma həcminə qədər, durulaşdırırlar. Işıq udma qiymətinə görə dərəcəli qrafikini istifadə edərək qurğuşunun miqdarını hesablayırlar.

Qrafiki qurmaq üçün təmiz kalium xromat məhlulundan istifadə etmək olar, bu məhlula yuxarıda göstərilən miqdarda xlorid turşusu və difenikarbazid əlavə olunmalıdır. Bu məhlulları hazırlayarkən nəzərə almaq lazımdır ki, 0,01mq qurğuşun uyğundur. 0,0094 mq kalium xromata, qurğuşunu  $PbCrO_4$  şəklində çökdürürlər və 0,0187 mq kalium xromata, qurğuşunu  $K_2Pb(CrO_4)_2$  şəklində çökdürülürsə.

Qurğuşunun miqdarı çox olduqda (nümunədə bir neçə milligram) əlavə olunan sink-xlorid suspenziyasının miqdarını artırırırlar; onda alınan  $PbCrO_4$  və  $K_2Pb(CrO_4)_2$  çöküntüsünü xlorid məhlulunda həll edirlər və alınan məhlulda xromat ionlarını yodometrik üsulla titrləyirlər.

## M Ü N D Ə R İ C A T

İşlənmiş sulfat turşusunda turşunun miqdarının təyini.....	3
Natrium hidrokسيد məhlullarında natrium hidrokسيدin miqdarının təyini .....	4
Hipoxlorid məhlulunun analizi .....	4
Emilqatorlu turşunun turşuluğunun təyini .....	6
Emilqator məhlulunda natrium xloridin təyini .....	7
Emilqator məhlulunda dəmirin təyini .....	8
Emilqator məhlulunda nekalın və duzların təyini.....	10
Emilqator məhlulunda və lateksdə sərbəst birləşmiş qələvinin təyini.....	12
Paratoluidinin iştirakı ilə nekalının təyini .....	13
Divinil psevdobutilen qarışıqlarında qalıqın təyini .....	15
Divinil və psevbutilendə az miqdarda olan misin təyini.....	16
Divinilin tərkibində ammoniyakın təyini .....	18
Mis ammoniyak məhlulunda aşağı valentli mis oksidinin və ümumi misin təyini .....	19
Mis - ammonium məhlulunda ammoniyakın təyini .....	21
Mis - ammoniyak məhlulunda asetat turşusunun təyini .....	23
Divinil - rektifikatda malein anhidridlə qarşılıqlı təsiri ilə divinilin təyini .....	24
Xristiansena görə divinil – rektifikatda qalıqın təyini .....	26
Texniki psevdobutilenin distilləsində alınan kub qalıqın psevdobutilenin təyini .....	29
Karbohidrogenli qaz fazada divinilin və ammoniyakın təyini .....	30
Akril turşusunun nitrilində həll olunmuş tənzimcinin miqdarının təyini .....	32
Duzsuzlaşdırılmış suda argentometrik üsulu ilə xlorun təyini .....	33
Sulfat turşusu məhlullarında sulfat turşusunun miqdarının təyini .....	34
Sulfat turşusunun miqdarının təyini.....	35
Sərbəst yağlı turşunun təyini .....	36
Sərbəst karbonat turşusunun qatılığının təyini .....	37
Piknometrlə maye məhsulların xüsusi çəkisinin təyini .....	38
Dilatometrik piknometrlə xüsusi çəkinin təyini .....	39
Sənaye sularında doymamış birləşmələrin bromlaşma üsulu ilə təyini .....	40
Ağac – qətran antioksidləşdiricidə fenolların ümumi miqdarının təyini .....	43
Lateksdə və çirkab sularında kauçukun təyini .....	47
Akril turşusunun nitrilində həll olunmuş tənzimləyicinin	

miqdarının təyini .....	49
Stirola və metilstirola görə sopolimer tərkibinin təyini .....	50
Buxarın elastikliyinə görə divinil-rektifikatda və resevbutilen kondensatında aşağı temperaturda qaynayan karbohidrogenlərin təyini .....	52
Sirkə (asetat) turşusunun analizi .....	56
Qələvi ilə təmizləndikdən sonra etilendə, propilendə və piroqazda ümumi kükürdün miqdarının təyini .....	57
Təmizlənmədən əvvəl və sonra piroqazda kiçik miqdarda hidrogen sulfidin kolorimetrik təyini .....	63
Təmizlənməyə qədər piroqazda hidrogen-sulfidin yodometrik üsulu ilə təyini .....	67
Birbaşa qovulmuş benzinin karbohidrogenlərin qrup tərkibinin təyini .....	70
Birbaşa qovulmuş benzində normal-parafin və izoparafin karbohidrogenlərin təyini .....	75
Dövr edən qələvidə və qələvili çirkab sularında natrium karbonatın təyini .....	78
Kompleksnometrik üsulu ilə ümumi dəmirin təyini metodikası .....	81
İlkin metil spirtində metanolun təyini .....	88
Etilendə ammoniyakın təyini .....	90
Kalorimetrik üsulla etilendə və propilendə oksigenin təyini .....	94
Xlorun maye piroliz qətranında təyini .....	97
Aromatik fraksiyada və pirokondensatda natrium hidroksidin təyini .....	99
Piroqazın sıxlığının təyini .....	101
Qazlarda CO <sub>2</sub> , CO və O <sub>2</sub> həcm payının təyini .....	104
Qələvinin kütlə qatılığının təyini .....	105
Qazlarda karbon iki oksidin təyini .....	106
Qazda asetilenin həcm payının təyini .....	111
Qazda az miqdarda olan oksigenin təyini .....	113
Metil spirtinin kütlə qatılığının təyini .....	114
Buxar kondensatın codluğunun təyini .....	115
Buxar kondensatın və duzsuzlaşdırılmış suyun qələviliyinin təyini .....	116
Buxar kondensatda xloridlərin təyini .....	117
Permanqanat üsulu ilə buxar kondensatın oksidləşmə qabiliyyətinin təyini .....	119
Qazda kükürlü birləşmələrin təyini .....	123
Ağ yağda tretbutilperbenzoatın (katalizator C) kütlə payının təyini .....	124
Polietilenin səpələnmə kütləsinin təyini .....	125

Hislə stabilleşmiş polietilendə hisin kütlə payının təyini .....	127
Polietilenin tərkibində titan iki oksidin kütlə payının təyini .....	128
Polietilendə benzoanın kütlə payının təyini .....	130
Bor .....	132
Gümüş .....	132
Ozon .....	134
Aktiv xlor .....	136
Selen .....	142
Flüoridlər .....	143
Sianidlər, sinanatlar və rodanidlər .....	148
«Aktiv xlorla» emalın aparılması .....	158
Heksassianoferratlar (II) və (III) .....	160
Xorsian .....	161
Sianatlar .....	162
Rodanidlər .....	164
Buxarla birgə çıxan amillər .....	168
Aromatik karbohidrogenlər .....	170
Etilenqlikolinin fotometrik metodu ilə təyini .....	172
Piylər və yağlar .....	174
Alifatik sıranın ucuçu turşuları .....	176
Tetraetilqurğuşun .....	177
Formaldehid .....	179
Xloroform və karbon dörd xlorid .....	181
Konduktometrik metodu ilə karbohidrogenlərdə karbon dioksidin təyini .....	182
Dövrü suda qalığ aktiv xlorun təyini .....	186
Suda sulfat ionlarının miqdarının təyini .....	187
Kimyəvi çirkab sularında benzol, toluol, etilbenzol və stiroulun xromatoqrafik metoddla təyin edilməsi .....	189
Çirkab sularında və qələvili axıntılarda sulfidlərin (Na <sub>2</sub> S, NaHS) və hidrogen sulfidin təyini .....	190
İstehsalat binalarının havasında C <sub>2</sub> +C <sub>4</sub> karbohidrogenlərinin az miqdarının təyini .....	193
Argentometrik üsulla xloridlərin təyini .....	195
Suyun stabilliyinin təyini .....	197
Sənaye müəssisələrinin havasında stirool, izoprapil, benzol və toluolun miqdarının təyini .....	200
Suda sərbəst karbon turşularının təyini .....	202
Dövrü və içməli sularda xloridlərin təyini .....	204
Qaz bacasında qazın həcmnin və sürətinin ölçülməsinin təyini .....	206
Asetilen – azot oksid (N <sub>2</sub> O) alovundan istifadəsi ilə alüminiumun, bariyumun, beriliumun, molibdenin və vanadiumun təyini .....	212



Dəmirin, kadmiumun, kalsiumun, kobaltın, maqneziumun, manqanın, misin, nikelin, qurğuşunun, gümüşün, xromun və sinkin birbaşa təyini.....	213
Nümunədə qatılıqları çox az olan metalların təyini.....	217
Alovsuz metolda civənin təyini.....	218
Alovlı-emissiya spektrometriya.....	218
Membran filtirdən süzməklə təyini.....	221
Suyun əsas xarakteristikaları və onların təyini.....	223
Suyun keyfiyyətinin cəm göstəriciləri.....	226
Ağır metalların ümumi təyini.....	230
Ninhidrinə müsbət reaksiya göstərən azot tərkibli maddələr.....	232
Alüminium.....	234
Berillium.....	238
Vanadium.....	241
Vismut.....	243
Kadmium.....	245
Kobalt.....	248
Mis.....	250
Neokuproinlə fotometrik üsulla təyini.....	254
Qalay.....	256
Civə.....	259
Ditizonla fotometrik merod.....	262
Qurğuşun.....	262

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

NEFT-KİMYA SƏNAYESİNDƏ  
İSTİFADƏ OLUNAN KİMYƏVİ  
ANALİZ METODLARI

II hissə

---

Direktor:

Bədii və texniki redaktor:

Şirindil Alışanlı

Səbuhi Qəhrəmanov

Formatı 60x84 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Həcmi 17 ç.v.  
Tirajı 300. Sifariş № 103  
Qiyməti müqavilə əsasında.

“Elm” RNPM-nin mətbəəsində çap olunmuşdur  
(İstiqlaliyyət, 8)