

691
M-93



**ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ ОЛИЙ ВА ЎРТА
МАХСУС ТАЪЛИМ ВАЗИРЛИГИ**



ТОШКЕНТ АРХИТЕКТУРА ҚУРИЛИШ ИНСТИТУТИ

“ҚУРИЛИШ МАТЕРИАЛЛАРИ ВА КИМЁ” КАФЕДРАСИ

Б.А.Мухамедгалиев, С.Ғ.Жуманова, Д.М.Махманов

**«ҚУРИЛИШ МАТЕРИАЛЛАРИНИНГ ФИЗИК-КИМЁВИЙ
ТАҲЛИЛ УСУЛЛАРИ» ФАНИДАН**

**АМАЛИЙ МАШҒУЛОТЛАРНИ БАЖАРИШ УЧУН
ўқув - услубий қўлланма**

Билим соҳаси: 300 000 – Ишлаб чиқариш-техник соҳа

Таълим соҳаси: 340 000 – Архитектура ва қурилиш

**Мутахассисликлар: 5А340502- Деворбоп ва иссиқлик изоляцияловчи
қурилиш материаллари технологияси**

5А340503- Пардозбоп материаллар технологияси

ТОШКЕНТ – 2018

TAQI

691
M-93

revised



**ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ ОЛИЙ ВА ЎРТА
МАХСУС ТАЪЛИМ ВАЗИРЛИГИ**



ТОШКЕНТ АРХИТЕКТУРА ҚУРИЛИШ ИНСТИТУТИ

“ҚУРИЛИШ МАТЕРИАЛЛАРИ ВА КИМЁ” КАФЕДРАСИ

Б.А.Мухамедгалиев, С.Ғ.Жуманова, Д.М.Махманов

**«ҚУРИЛИШ МАТЕРИАЛЛАРИНИНГ ФИЗИК-КИМЁВИЙ
ТАҲЛИЛ УСУЛЛАРИ» ФАНИДАН**

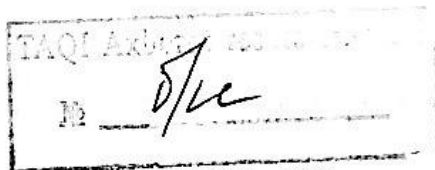
**АМАЛИЙ МАШҒУЛОТЛАРНИ БАЖАРИШ УЧУН
ўқув - услубий қўланма**

Билим соҳаси: 300 000 – Ишлаб чиқариш-техник соҳа

Таълим соҳаси: 340 000 – Архитектура ва қурилиш

Мутахассисликлар: 5A340502- Деворбоп ва иссиқлик изоляцияловчи
қурилиш материаллари технологияси

5A340503- Пардозбоп материаллар технологияси



ТОШКЕНТ – 2018

**“ҚУРИЛИШ МАТЕРИАЛЛАРИНИ ФИЗИК-КИМЁВИЙ ТАҲЛИЛ
УСУЛЛАРИ” фанидан амалий машғулотларни бажариш учун
ўқув-услубий қўлланма. – Т.: ТАҚИ, 2018 – 23 бет.**

Ушбу ўқув-услубий қўлланма 5А340502-Деворбоп ва иссиқлик
изоляцияловчи қурилиш материаллари технологияси ва 5А340503-
Пардозбоп материаллар технологияси магистратура таълим йўналишларида
таълим олаётган магистрлар учун мўлжалланган.

Тузувчилар: к.ф.д., профессор Мухамедғалиев Б.А.
катта ўқитувчи Жуманова С.Ғ.
доц. Махманов Д.М.

Такризчилар:

Эшметов И.Д. ЎзР ФА УНКИ лаборатория мудири, т.ф.д., профессор,
кадрлар буюртмачиси.

Сатторов З.М. ТАҚИ, “Қурилиш материаллари ва кимё” кафедраси мудири,
т.ф.н., доцент.

“Қурилиш материалларини физик-кимёвий таҳлил усуллари” фанидан ўқув-
услубий қўлланма Тошкент архитектура қурилиш институти Илмий-услубий
Кенгашининг 2018 йил “___” _____ даги __-сонли мажлисида муҳокама этилди
ва нашрга тавсия этилди.

Илмий-услубий Кенгаш раиси

А.Ў.Мирисаев

©Тошкент архитектура қурилиш институти, 2018.

Кириш

Ушбу ўқув-услубий қўлланма «Қурилиш материалларининг физик-кимёвий таҳлил усуллари» фанини ўрганиш, олий ўқув юртларининг архитектура ва қурилиш йўналишида таълим олаётган талабаларда замонавий қурилиш ашёларини ишлаб чиқариш, замонавий қурилиш материалларининг таркибини, тузилишини ва хоссаларини энг янги ва замонавий физик-кимёвий таҳлил усулларидадан фойдаланган ҳолда аниқлаш, улардан фойдаланиш тасаввурига эга бўлиши, қурилиш ашёларини ишлаб чиқаришда хом ашё ва буюм хилларини ҳозирги замон талабига қўра қўникма ва тажрибига эга бўлиши каби масалаларни камрайдди. Мазкур фан бўйича ўқув-услубий қўлланма Ўзбекистон Республикаси Давлат таълим стандартларининг «Қурилиш материаллари, буюмлари ва конструкцияларини ишлаб чиқариш» таълим йўналиши бўйича магистр тайёрлаш мазмуни ва савиясини мажбурий минимумига бўлган талабларига мувофиқ тузилган.

Ушбу ўқув-услубий қўлланма фан ривож ва истиқболи, республикадаги ижтимоий-иқтисодий ислоҳат натижалари ҳамда қурилиш материаллари, буюмлари ва конструкцияларини сифатли ишлаб чиқариш, уларнинг амалий хоссаларига хом ашёларнинг таркиби, тузилишининг таъсири масалаларини муҳассамлаштиради. «Қурилиш материалларининг физик-кимёвий таҳлил усуллари» фани мутахассислик фанлари блокига юритилган курс ҳисобланади.

Физикавий ва физик-кимёвий таҳлил усуллариини ўрганиш ҳозирги кунда кўпчилик техник олий ўқув юртларининг, айниқса қурилиш материалларини ишлаб чиқариш йўналиши бўйича таҳсил олаётган инженер-технологик тайёрлайдиган ихтисосликларнинг ўқув дастурларидан мустақкам ўрин олган. Таҳлилнинг физикавий ва физик-кимёвий усуллари бир-бирини тўлдириб, аналитик кимё фанини ташкил этади.

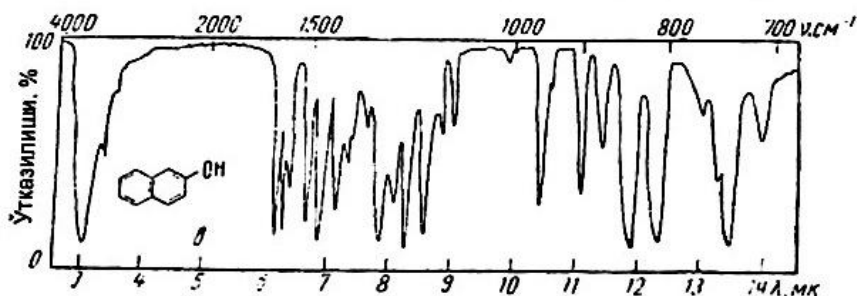
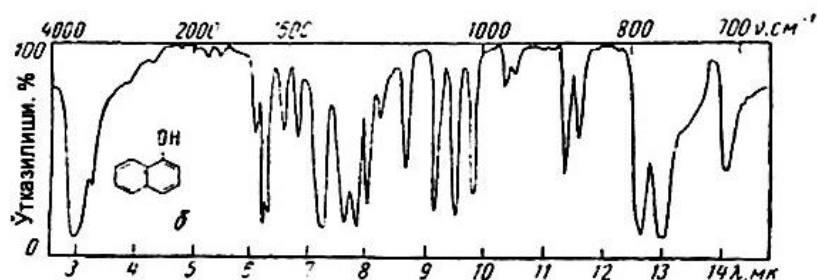
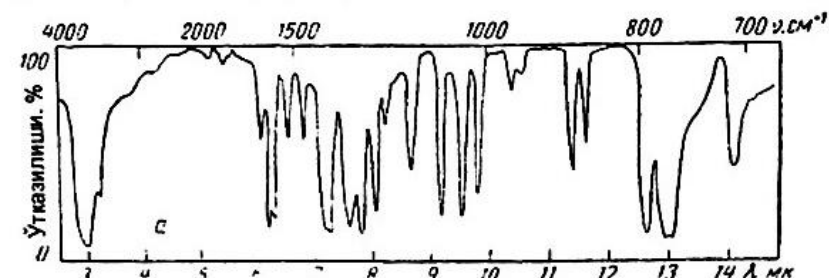
Ушбу ўқув-услубий қўлланма қурилиш йўналишидаги техник олий ўқув юртларининг магистрларига мўлжалланган бўлиб, таҳлилнинг физик-кимёвий, бошқача айтганда инструментал усуллариини ўрганишга бағишланган. Маълумки, ЎУМда асосий эгибор физик-кимёвий таҳлил усуллари наъарасига қаратилган бўлиб, бу назария физика ва кимёнинг асосий қонуналарига таянади. Шу билан бирга китобда физик-кимёвий таҳлил усуллариининг амалда қўлланилиши масалалари, уларнинг аҳамияти, имкониятлари ҳақида мукамал фикр юритилади.

Қурилиш соҳаси бўйича магистр касб фаолиятлари доираси кенг ва объектлари жуда кўп. Булар қаторига саноат қорхоналарида ишлаб чиқаришган буюмлар ва ашёлар, уларнинг таркиби ва хусусиятларини аниқловчи усуллар ва асбоблар, кўп мақсадларга мўлжалланган боғловчи модда, керамика ва шинасимон буюмлар олишда қўлланиладиган жиҳозлар, юқори самарали технологик жараёнлар ва системалар, атроф-муҳит ҳолатини баҳолаш услублари ва воситалари, саноат ишлаб чиқариш, энергетика ва транспорт таъсиридан атроф-муҳитни ҳимоялаш кабилар қиради. Юқоридаги факторларни аниқлаш, уларга таъсир ўтказиш ва яхшилашда «Қурилиш материалларининг физик-кимёвий таҳлил усуллари» фанининг роли бениҳоят катта. Шунинг учун ҳам қурилиш материаллар технологияси мутахассислигига онд кадрлар тайёрловчи олий ва махсус ўрта ўқув юртлари-нинг ўқув планидан у мустақил фан сифатида ўрин эгаллаган. Ўқув услубий қўлланма 16 та амалий машғулотдан ташкил топган. Қурилиш материаллари силкат ва қийин суюқланидиган материаллар технологияси - физикавий, физик-кимёвий, кимёвий ва биологик жараёнлар ёрдамида кўп мақсадларга мўлжалланган керамика, шинасимон ва боғловчи моддалар ҳамда электрон техникаси буюмларини олиш ва яратиш услублари, усуллари ва воситалари мажмуасини камраб олувчи фан ва техника соҳасидаги йўналишдир. Бу йўналиш бўйича магистр касб фаолиятлари доираси ва объектлари қуйидагилардан иборат: силкат ва қийин суюқланидиган буюмлар ва ашёлар; уларнинг таркиби ва хусусиятларини аниқловчи усуллар ва асбоблар; кўп мақсадларга мўлжалланган керамика, шина ва боғловчи моддалар ва ашёлар олиш-да қўлланиладиган жиҳозлар, юқори самарали технологик жараёнлар ва саноат системалари, уларни бошқаришдир.

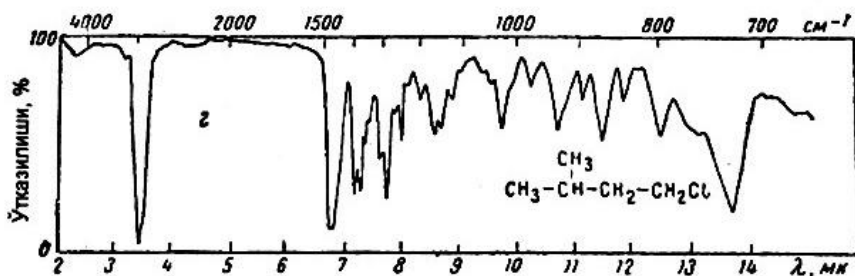
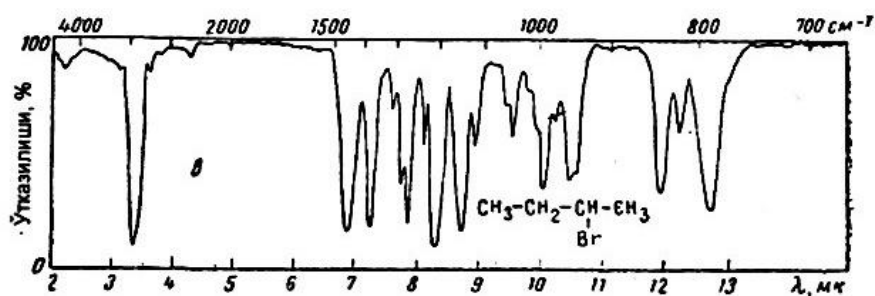
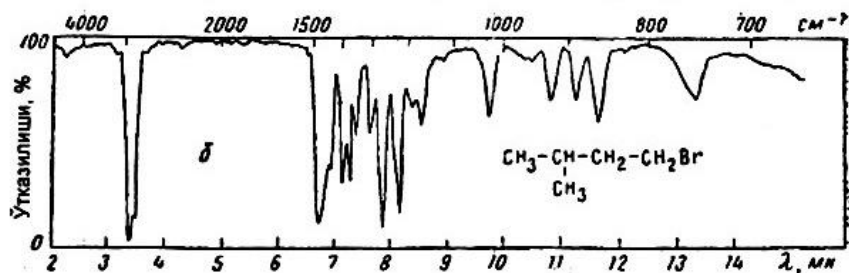
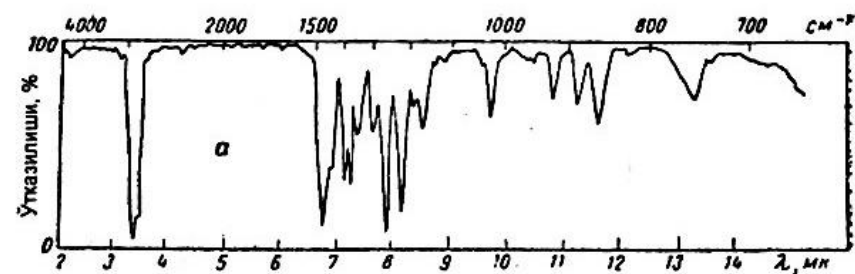
1-амалий маптулот.

Қурилиш материалларидан олинган органик бирикмаларни физик-химий таҳлилга доир масалалар ечиш.

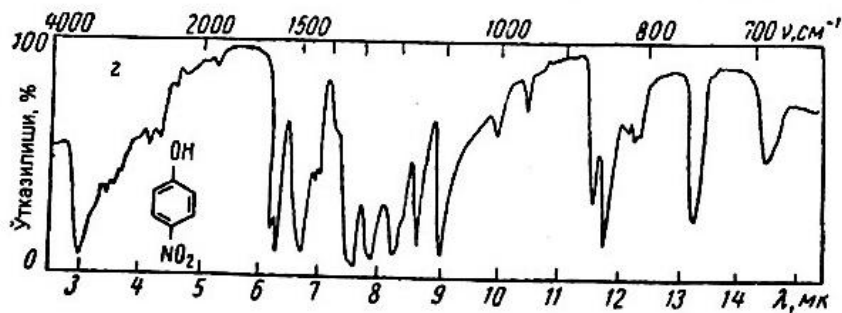
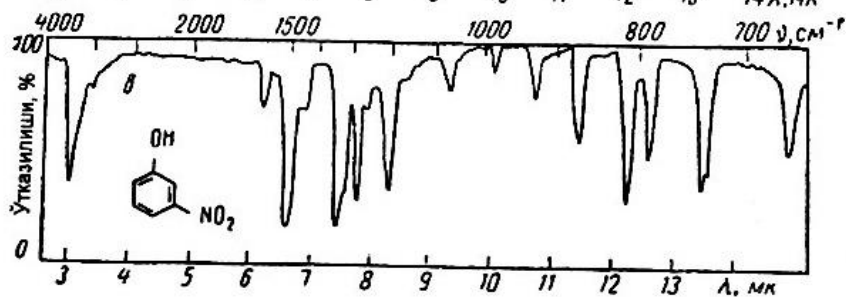
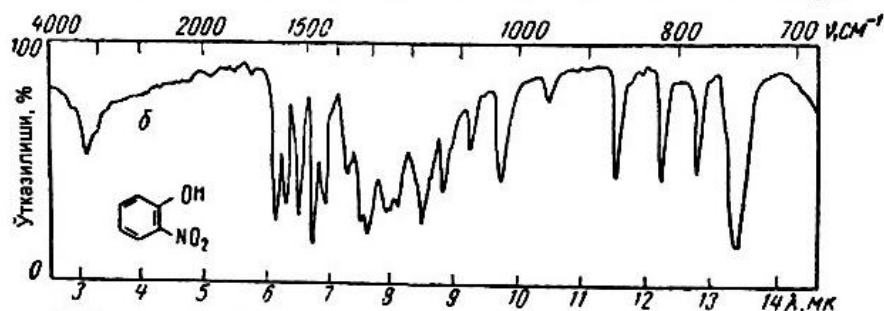
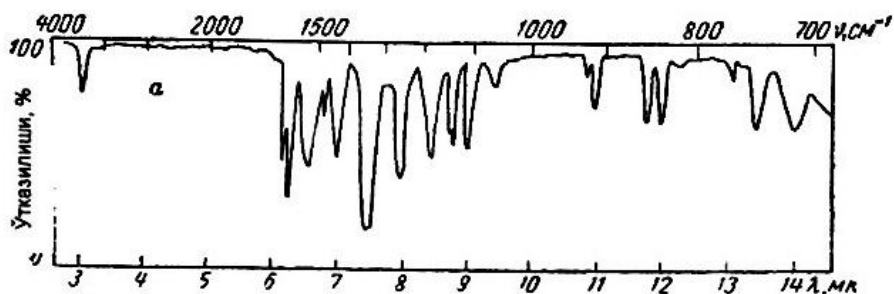
1. Қуйдаги расмнинг *а* сйда нафтолларнинг изомерлари спектрлари келтирилган, *б* ва *в* расмда α ва β - нафтолнинг спектрлари берилган. Келтирилган нафтолнинг қайси изомерлари *а* бирикмага берилган спектрларига ўхшашлигини аниқланг.

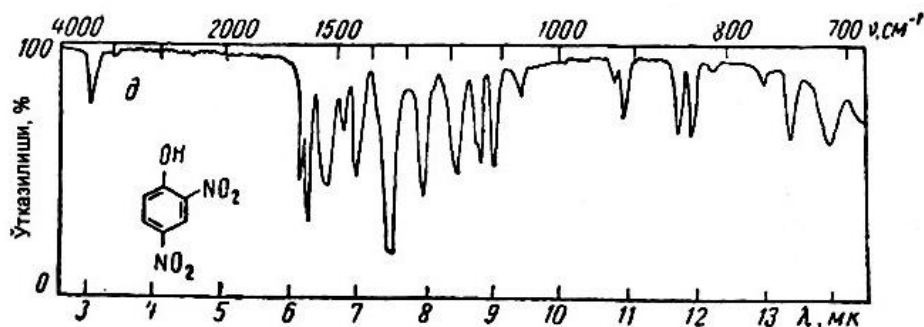


2. Расмда *а* да галогенланган углеводородлар аралашмасидан қуйдаги спектрга эга бўлган модда ажратиб олинган. Расмнинг *б*, *в*, *г* лардаги спектрлардан қайси бири *а* спектрга ўхшайди ва қандай модда эканлигини аниқланг.



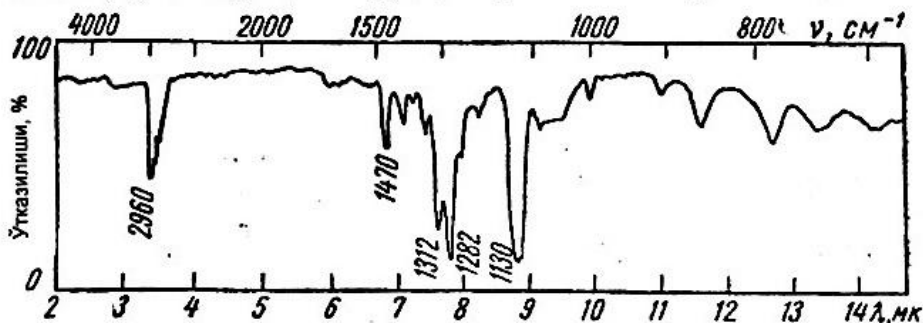
3. Реакция натижасида олинган нитронафтолларнинг спектрлари а-расм келтирилган. Аниқ спектрлар *o*-, *m*- ва *p*- нитрофеноллар ва 2,4 динитрофеноллар асосида расмдаги б, в, г, д лар тегишлича реакция натижасида қандай бирикма олинганини аниқланг.



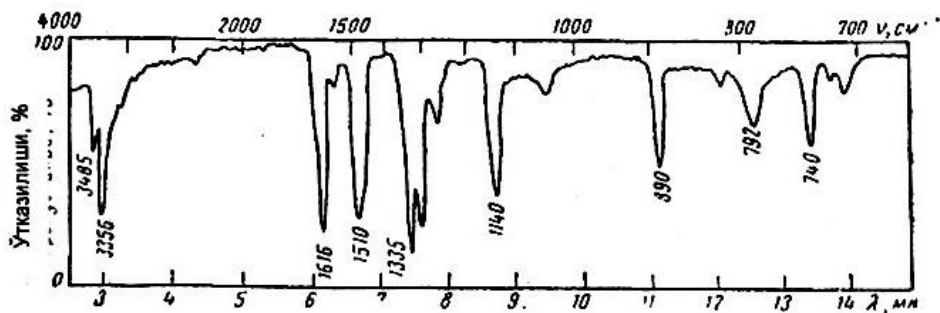


(3-расмнинг давоми)

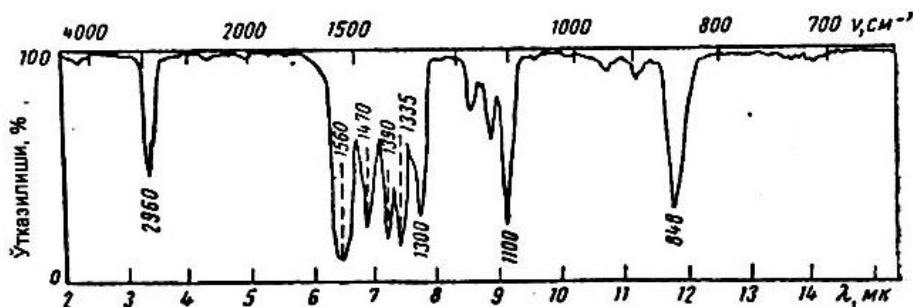
4. Қуйида келтирилган ИҚ спектр орқали $C_6H_{14}O_2S$ формулага бирикмадан кислород ва олтингугурт қайси функционал гуруҳларга киришини аниқланг (суюқ ҳолатда).



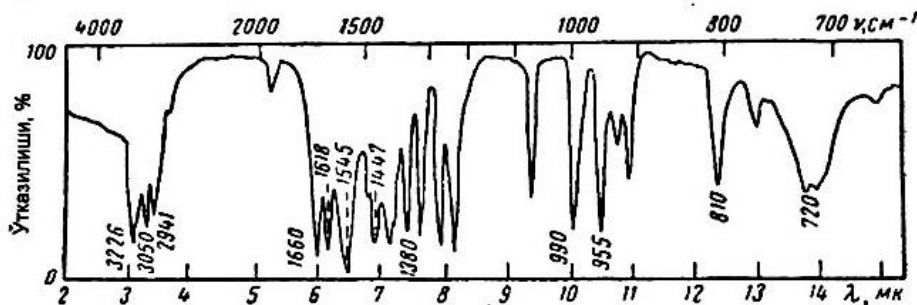
5. Қуйидаги $C_6H_4Cl_2N_2O_2$ брутто формулага эга бўлган бирикма расмда келтирилган спектрга эга. Кислород ва азот атомларига қайси функционал гуруҳларга киришини аниқланг (KBr пластинкада).



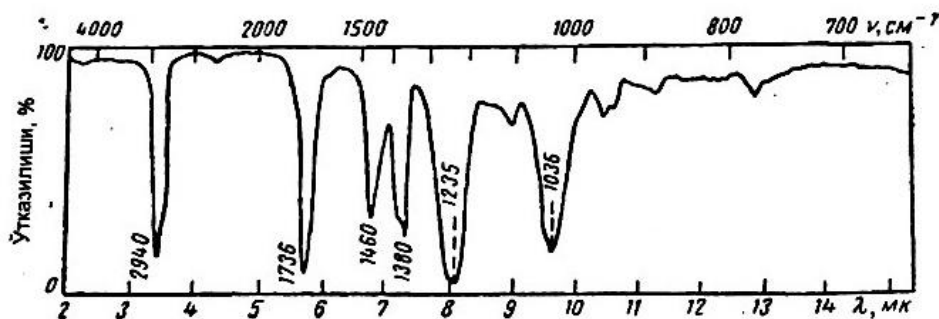
6. $C_3H_7O_2N$ бирикмасида қандай ксилород ва азот саклаган гурухлар киради (суяк плёнкада)?



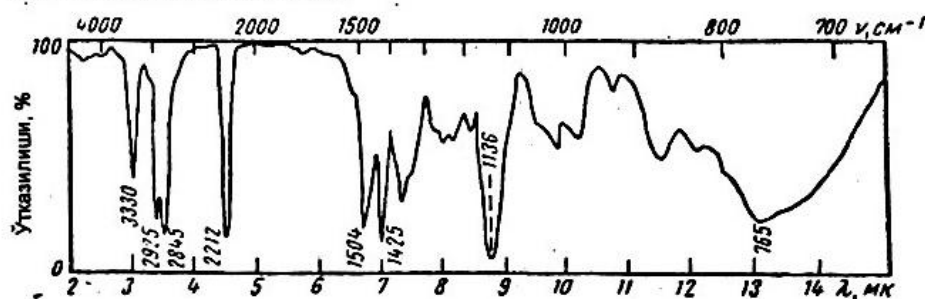
7. Келтирилган $C_7H_{13}ON$ бирикманинг спектрларига қараб қайси элементларнинг тузилишини аниклаш мумкин (KBr пластинкасида)?



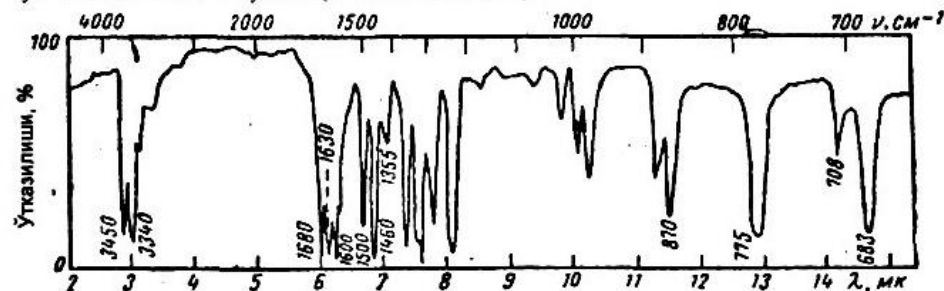
8. Қуйидаги формулага $C_6H_{10}O_2$ эга бўлган бирикмага ксилород атоми қайси функционал гурухларга киради?



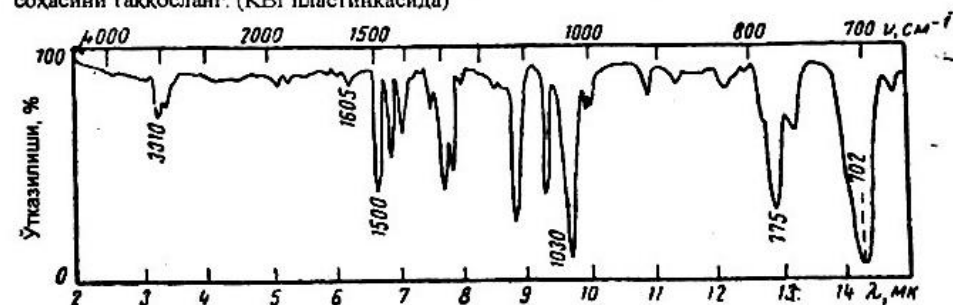
9. $C_6H_9N_3$ бирикмадаги азот атомлари келтирилган спектрдаги қайси функционал гуруҳга мансуб? (суяқ пленкада).



10. Келтирилган спектрдан фойдаланиб C_8H_9ON бирикмадаги қайси элементларнинг тузилишини аниқлаш мумкин (KBr пластинкасида)?



11. $(C_6H_5CH_2)_2SO$ тузилишга эга бўлган бирикманинг ИҚ-спектридаги ютилпш соҳасини таққосланг. (KBr пластинкасида)



2 амалий машғулот Ҳаво намунасини олиш

Намуна ажратишнинг бир нечта асосий усуллари мавжуд бўлиб, улардан аксарияти бир вақтнинг ўзида ифлословчи моддаларнинг кичик миқдорларини аниқлаш учун аралашмаларни концентратиялаш усули ҳамдир.

Намунани контейнерга ажратиш. Ҳаво намуналарини контейнерларга ажратиб олиш факат газлар ёки одатдаги ҳароратда жуда юкори учувчанликка эга моддаларни таҳлил қилиш учун қўлланилади.

Контейнерлар зангламайдиган пўлатдан (самолётдаги ҳаво намунасини олиш учун), шунингдек шиша ёки полимер пленкадан ишланган турли шаклдаги идишлардан иборат. Ҳаво контейнерлар орқали кичик тезликда (100-120 мл/дак) ўтказилади ёки олдиндан ваакумланган цилиндрик шаклдаги 0,5-1,0 л снгимли шиша идиш ҳаво билан тўлдирилади. Ҳавонинг катта миқдордаги намуналарини олиш учун ниппель мосламали насос билан таъминланган полимер пленкали коплардан фойдаланилади. Контейнерларнинг камчилиги шундан иборатки, унинг деворларида тепкириллаётган моддаларнинг абсорбциясининг назорат қилиш имконияти йўқ, бу эса ифлосланган ҳавонинг айрим компонентларини "йўқотиш"га олиб келади.

Намуна ажратиб олингандан кейин контейнер лабораторияга транспортировка қилинади, ундан газли шприц ёрдамида 1-2 мл ҳаво олинади ва таҳлил этилади.

Шаҳар ҳавосини таҳлил қилишда намуна олишнинг энг замонавий усулларида бири ҳаво намуналарини зангламайдиган пўлат канистрларга олишдир. Бу усул ҳавони канистрга олиш ва уч босқичли концентрациялаш орқати ҳавода мавжуд захарли моддаларни концентрациялаш ва газли хроматография ёки хромато-масс-спектрометрия усуллари билан уларни таҳлил қилишдан иборат. Биринчи босқичда канистрдаги ҳаво майда шиша шарчалари бўлган ва -150°C гача совутилган трубкадан ўтказилади, у ерда намлик музлатилади; сўнгра ҳаво полимер сорбентли (тенакс) трубкага ўтказилади, у -10°C да ҳаводаги CO_2 ни ютади: шундан сўнг факат органик моддаларнинг текшириллаётган аралашмалари қолган ҳаво учинчи трубкада криоген концентрацияланади, ундан керакли компонентлар бевосита таҳлил учун олинади.

3- амалий машғулот

Эритмадаги модданинг (водород сульфидни) концентрациясини аниқлаш.

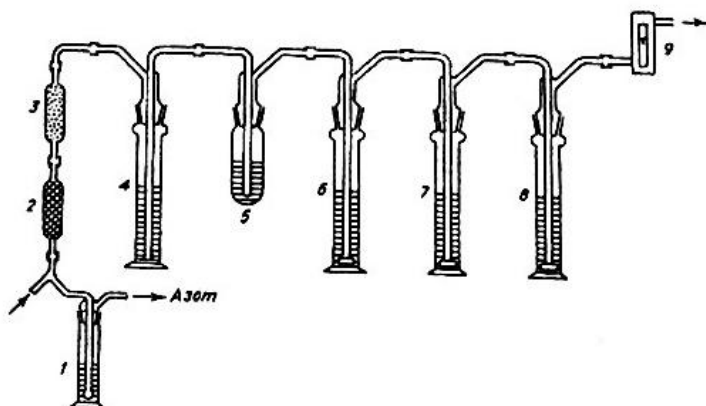
Ушбу усул H_2S ни $10\text{-}20\text{ мкг/м}^3$ тартибдаги концентрациясини яъни сезиш чегарасидан кам концентрациядаги миқдорини аниқлашга яроқли.

30 минут давомида юувчи склянка-аксэтиргич орқали ўтказиляётган намуна ҳажми 1 м^3 гача орттирилади (H_2S ни ютилиши 93% атрофида). Намунадаги водородсульфид $\text{Cd}(\text{OH})_2$ нинг илҳорий суспензияси билан ушлаб қолинади.

Тахминан домий йўқотишларда 25% водород сульфид суспензияни SnCl_2 эритмаси билан хлорид кислотасида ишланганда аммоний молибдан билан реакцияга киришади.

H_2S ни миқдори аниқланади, кейин, молибден ҳўки бўйича колориметрик аниқланади.

Ишлаш тартиби: 1000л ҳаво 30 минут давомида ёругликдан хлмоянган юувчи шиша идиш орқали ўтказилади, сўнг (4соатдан кам бўлмаган вақтда) суспензия центрофугирования қилинади, шиша идишни қўйи қисмига тўпланади. (3000 об / мин да 15минут). Сўнгра шиша идишни қўйи қисми чўкмаси билан бирга 19 расмда тасвирлангандагича қўйилади. азот токида H_2S ни ажралиши учун аппаратга ўрнатилади. (7-10 л/ч).



3 -расм. Сульфидлардан водород сульфидни ажратиб олиш учун аппарат.

1,4,6,7,8- шиша идишлар; 2-актив кўмрдан ясаган филтр; 3-сульфат кадмий эритмаси билан ишлов берилган шиша толоти патрон; 5-кўп максалли идиш; 9-ротаметр.

Азот, активланган кўмрдан тайёрланган филтрдан ва кадмий сульфат эритмасига бўктирилган шишали пахтадан тайёрланган филтрдан ўтиб тозаланади.

Реакция натижасида ажралиб чиқаётган газлар SnCl_2 ни 30 мл суюлтирилган эритмаси тўлдирилган ювувчи склянкадан (6) ва (7) ўтади (100г $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 600мл ни концентралланган эритмасида эритилади ва 1000 млгача сув билан суюлтирилади). У ерда у ортиқча HCl бугларидан озод этилади ва ювувчи склянка (8) га 50 мл аммоний молибдатни олтингугуртли нордон эритмаси билан келиб тушади.

Азотни 20 минут ўтказилгандан кейин парчаланиш реакцияси тугайди. Эритма ўлчов колбасига солиниб рани ини тўлиқ юзага чиқиши учун 20минут қўйиб қўйилади ва 570 нм тўлиқни узунлигида 1см қилинликдаги юветада, солиштирувчи эритма сифатида суви қўллаб эритмани оптик зичлиги аниқланади.

Хисоблаш олиб борилаётганда калибрланган эгри чизик ёрдамида топилган оптик зичлиқни натижаси тўлиқсиз абсорбцияни хисобга олиб 1,07 га қўпайтирилади ва хавони оксидланган хисобига йўқотиш фактори 1,32 га қўпайтирилади.

Иш жойлари хавосидаги водород сульфидни микдорини қўргошин ацетат билан ҳўлланган коғоз ёрдамида аниқланади. Бунинг учун қўргошин ацетат билан ҳўлланган коғоз қатламлари ютувчи тешиклари диаметри 40 мм бўлган хаво югиш учун тайёрланган қурилмага жойлаштирилади. Хаво намунаси насос ёрдамида 126 мл ишчи ходи ҳажмида коғозни ёркин бўялиши содир бўлгунча юттирилади.

4- амалий машгулот.

Намуналарнинг ИК - спектрларини олиш

ИК-спектрлари юқори ўзига хосликка эга бўлиб моддаларни идентификацияси учун кенг қўлланилади. Хар бир модда учун унинг ўзига хос спектри бўлади. Хеч бир хил спектрга эга бўлган икки модда бўлмайди.

Хозирга вақтда ноорганик, органик ва элемент органик моддаларнинг турли синфлари учун ИК спектрометрининг атласлари мавжуд. Уларда намуналарни тайёрлаш шартлари ва спектрларни регистрциялари, шу билан бирга спектрометрларни моделлари кўрсатилган.

Номаълум модданинг идентификацияси, унинг ИК-спектри бўйича унинг спектрини атласда келтирилган этанол спектр билан солиштиришга асосланган.

МДХ давлатларида қўлланиладиган энг кенг тарқалган замонавий спектрометрлар ИКС-29 ва ИКС-40 ҳисобланади. ИК спектрларида тезда Фурье ҳосил бўлиши учун қўлланиладиган компютерни қўлайдиган асбобларни яратилиши ИК-спектроскопияда янги қадам бўлди. Улар анавий спектрометрга нисбатан яхшироқ спектрал руҳсатга ва юқори сезгирликка эга бўлди. Шундай асбоблардан бири ИК – Фурье спектрометрини ФСЛ-05 (АО СПб инструменте) ҳисобланади. У компютер билан бошқарилади ва машхур дифракцион спектрометрга солиштирганда юқори фотометрик аниқликка ва тез таъсир қилишга эга. ИК-спектрометрлар ёрдамида РЭК даражасида атмосферадаги ва ишчи зона ҳавосидаги ноорганик газларни (CO , CO_2 , NH_3 , HCL , H_2S , SO_2 , O_3 ва бошқалар), шу билан бирга баъзи бир учувчи органик бирикмаларни (фармальдегид, метанол, чумоли кислотаси ва бошқалар) аниқлаш мумкин.

Фотоколориметрик (колориметрик) усул рангли эритма орқали ўтаётган нур оқимиини жадаллигини ўлчашга асосланган.

Бу биринчи мартаба 1775 йили академик В.М.Севергин томонидан тавсия этилган бўлиб, эски тахлил усулларидан бири ҳисобланади.

Бу усул минерал сувларда темирни аниқлаш учун ҳам қўлланилган. Кейинчалик у эритмада иккита бир хил рангли рангларни тақрибан солиштириш орқали эритмадаги моддаларни концентрациясини аниқлаш яъни колориметрик усул номи билан кенг тарқалди.

Колориметрни оддий тури бўлиб турли концентрациядаги стандарт эритмани пробиркалар тўплами ҳисобланади (стандарт шкалалар). Тегиншли реагентни қўшгандан сўнг рангини тақрибан кўз билан чамалаб синалаётган эритмани ранги билан солиштирилади.

Текширилатган эритмани ранги билан шкала пробиркасидаги бирон бир эритма рангини мос тушиши текширилатган модда концентрациясини стандарт шкаласидаги концентрацияси билан мос тушганидан далолат беради. Биргина бу сезгир ва бажарилиши бўйича хаддан зиёд содда бўлган бу усул субъектив, яъни сезгирлиги ёритилганликка ва операторни кўриш қобилиятига боғлиқ усул ҳисобланади.

Фотоэлектрик техникани ривожланиши билан, эритма рангини интенсивлигини (ютилиш жадаллиги) тақрибан баҳолашни фотоколориметр ва спектрофотометр ёрдамида ютилиш даражаси бўйича объектив баҳолаш мумкин бўлди.

Фотометрик усул (фотоколориметрия ва спектрофотометрия) стандарт ва текширилатган эритмага рангини ютилишини солиштиришга асосланган.

Стандарт ва текширилатган рангли эритмаларни оптик зичлигини ўлчаш солиштирма эритмага нисбатан ишлаб чиқарилади (нол эритмага).

Аниқланаётган модда билан рангли бирикма ҳосил қиладиган реагентдан ташқари барча қўшилаётган компонентларни ўзида сақлаган текширилатган эритмани маълум бир қисмини солиштирувчи эритма сифатида қўлланилиш мумкин. Агар қўшилаётган реагент ва солиштирувчи эритмани барча қолган компонентлари рангсиз бўлиб демак, спектрни кўринадиган областига нур ютилмайди ва бунда солиштирувчи эритма сифатида дистилланган сувдан фойдаланиш мумкин.

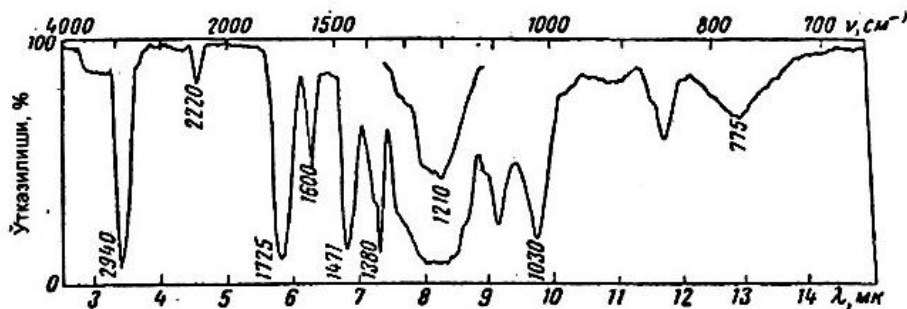
Фотоколориметрида нурли энергияни қабул қилувчи сифатида, кўзни ўрнига ёруғлик энергиясини электр энергиясига айлантириб берадиган фотоэлемент хизмат қилади. Ёруғлик энергиясини монохроматик оқими учун вужудга келадиган ток кучи фотоэлементга тушаётган нурланишга тўғри пропорционал.

Фотометрик текширувларда турли хилдаги фотоэлектрик колориметрлар - КФК-2, КФК-3, КФК-5 М ва бошқалар қўлланилади. Фотокалориметр КФК -5М юмёвий ва экологик тахлилларни олиб бориш учун мўлжалланган.

5 - амалий машгулот

ИК-спектра асосланиб элементнинг формуласини аниқлаш

ИК-спектр бўйича ва $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{O}_2\text{N}$ брутто-формуласи бўлган бирикманинг элемент структурасини аниқланг. (суяқ пленкада)



6- амалий машғулот

Хроматографик таҳлилни олиб бориш.

Таҳлил газ хроматограммасида олиб борилади. Унинг оддий кўриниши 10- расмда тасвирланган. Замонавий газ хроматографлари кўп детекторли, тўлиқ автоматлаштирилган қурилмалар бўлиб, уларда таҳлилнинг барча жароёнлари компютерда ростланган.

Газ хроматографияси усули билан газ фазасига ўтказила олинishi мумкин бўлган газлар ва учувчан (органик ва ноорганик) бирикмалар таҳлил қилинади. Газ (пар)га айланиши кийин бўлган юқори ҳароратда қайновчи (Юқори молекуляр) бирикмалар суюқлик хроматографияси усули билан таҳлил қилинади.

Тикхил қилинаётган намунани хроматофининг бўлантиргичига (7) юборилади, у ерда 50-250° Сгача қиздирилади. У ерда намуна буг ҳолатига ўтади ва шу ҳолатда йўнаттирувчи газ (азот ёки гелий) ёрдамида газохроматографик колонка (9) га келади.

Газ ҳолатидаги намунани (0,5-1,0 мл) газ шприцида (асосан шипали медицина шприцида) юборилади. Органик эритувчидаги ифлословчи модданинг эритмалари (экстрактлари) бўлантиргичга микрошприцида (1-10мкл) юборилади.

Газ хроматографиясида органик ва ноорганик моддаларни аралашмаларини ажратиш учун турли хилдаги хроматографик колонкалар қўлланилади: насадкали (шипали ёки пўлатли), капилярли (шипали ёки кварцли) ва кўп капилярли (1000-1100 капилярли шипа блоклар).

Газ хроматографиясини бошлангич ривожланиш босқичларида (50-60 йиллар) 1-6 м узунликдаги ва ички диаметри 3-5 мм ли шипа ёки пўлатли трубкалардан иборат насадкали колонкалардан фойдаланилган. Колонкалар адсорбентлар- активланган кўмир, силикагел, алюминий оксиди ва бошқалар билан тўлдирилган. Бундай колонкалар ҳаво, сув ва тупрокни ифлословчи органик бирикмаларни кўп компонентли аралашмаларини тўлиқ ажратишга эришилган йўл қўймасди.

Самаралироғи капиляр колонкалар ҳисобланиб бугунги кунда улар узун ва нозик, шипали ёки кварцли капилярлардан иборат (узунлиги 10- 100 м ва ички диаметри 0,25- 0,53 мм). Унинг ички сиртига суюқ фаздаги ҳаракатланмайдиган плёнка (0,5- 5 мкм) жойлашган.

Бундай колонкаларни юқори самарадорлиги уларни ҳаво ва сув экспресс дала таҳлиллари учун қўлланилиш имконини беради. Намунани таркиби ҳақидаги тўлиқ маълумотни 1-2 минутдан кейин олиш мумкин.

Хроматографик колонкадан кейин ажратилган компонентлар детекторга келади. Детекторларни ҳаракат тамойиллари (принцип) ҳар- хил бўлиши мумкин, лекин уларни бир нарсa бирлаштиради- уларни барчаси таҳлил қилинаётган намуна таркибига боглиқ равишда газ оқимини қандайдир бир хусусиятини ўзгаришини кўрсатади. Детектор сигнали,

кучайгандан кейин хроматограммада пик кўринишида ёъилиб қолади. Бу намунадаги (хроматограммадаги пик ҳолати) модда миқдори хақида, ушлаб туриш вақти эса баъзида намунани сифат таркиби хақида ҳулоса қилади.

Улар тахлил қилинаётган компонентларни деярли тўлиқ ажратишга имкон беради.

7- амалий машғулот

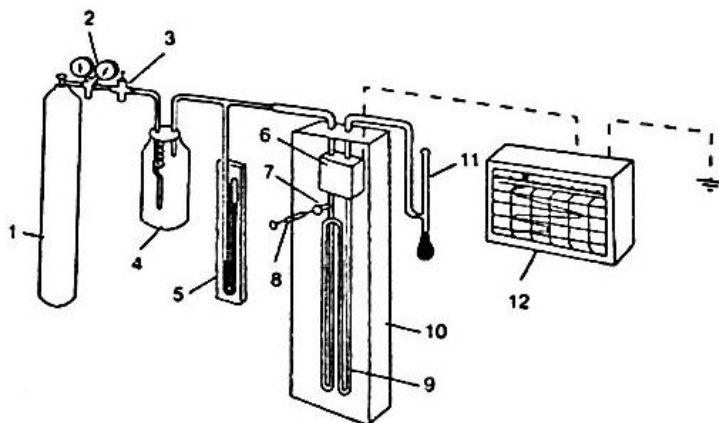
Газ- суюқлик хроматографик тахлилни олиб бориш.

Агар бўлувчи колонка орқали ҳаракатчан фаза сифатида газ ўрнига суюқлик орқими ўтказилса, бу суюқлик адсорбцион хроматографияси дейилади. Сўнгги 20 йил мобайнида юқори самарали суюқлик хроматографияси кенг ёйилиб кетди. Бўлув қолошқаси орқали жуда майда ва адсорбент заррачалари билан бир хил ўлчамда юзлаб атмосфери юқори босим остида махсус насос ёрдамида органик суюқлик ацетонитрил, бензол, гексан ва бошқалар ўтказилинади.

Хроматографик илмининг ютуқлари шунчалик муҳимки, (шу билан бирга экологик аналитик кимёда ҳам кенг қўлланилади) уни XX- юз йилликда аналитик кимёнинг асосий муваффақияти деб қарашимизга тўлиқ ҳаққимиз бор.

Усулни олиб бориш тартиби

Оддий газ хроматографининг схемаси расмда тасвирланган.



6-расм. Оддий газ хроматографи.

1-баллон; 2-редуктор; 3- босим ростлагичи; 4-стабилизатор; 5-манометр; 6- детектор ячейкаси; 7-намунани кириши учун қурилма; 8-шприц; 9-хроматографик колонка; 10-термостат; 11-тезликни қўпикли ўлчагичи; 12-потенциометр.

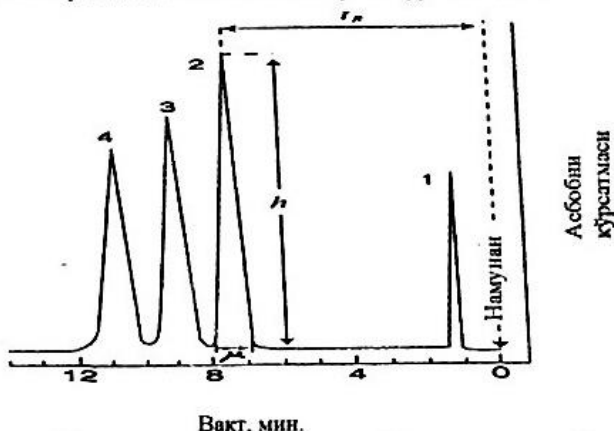
Йўналтирувчи газ баллон (1) дан редуктор (2) орқали, босим ростловчи (3), поток стабилизатори (4) детекторни солиштирма ячейкаси (6) орқали (агар детектор сифатида катарометр қўлланилса) намунани киритиш учун мўлжалланган ускуна(7) орқали хроматографик колонка (9) га киригилади.

Колонкага киришдан олдин босим манометрда (5) ўлчанади, йўналтирувчи газнинг ҳажмий тезлиги узлуқли равишда қўпикли тезлик ўлчагичи (11) да назорат қилинади.

Намуна газохромотаграфик колонкадан олдин, намуна киритилиши учун мўлжалланган қурилма (7) орқали йўналтирувчи газ оқимиغا шприц (8) да юборилади. Йўналтирувчи газ оқими намунани газохромотаграфик колонкадан (9) олиб ўтади. Бу ерда унинг компонентлари алоҳида зоналарга бўлинади. Бўлинган моддалар (хроматографик зоналар) детектор (6) га тушади. Бу ерда йўналтирувчи газдаги анализ қилинаётган компонентларни концентрацияси аниқланади. Детектор сигнали потенциометрда автоматик равишда регистратсия қилинади. Унинг қиймати модданинг концентрациясига ёки оқимига тўғри пропорционал.

Хроматографининг асосий бўғинлари бўлиб хроматографик колонка ва детектор ҳисобланади. Колонка таҳлил қилинаётган аралашмани таркибий компонентларига бўлиш функциясини бажаради, детектор эса бўлиниб бўлган бирикмаларни концентрациясини микдорини (Ўўналтирувчи газ оқимида) регистратсия қилади.

Хроматограммани асосий элементларини кўриб чиқамиз.



7-расм. Хроматограмма параметрлари. Бўлиниш шarti: «Цвет-4 хроматография, 200 x 0,4 см колонка, колонка хромсорб Р да 10% ли апиезон К билан тўлдирилган, ҳарорат 65°С: 1-хаво; 2-циклогексадиен; 3-циклогексан; 4-метилциклогексан.

Нол линияси – колоннадан фақат йўналтирувчи газни чиққипидан олинadиган хроматограмма участкаси. (масалан 1 ва 2 пиклар оралигида)

Хроматографик пик колонкадан бир хил (ёки бир неча) компонентларни чиқиш вақтида детекторда ҳосил бўладиган сигналли хромтограмма участкаси.

Ушлаб туриш вақти (t_k) колонкага намунали юборилиш моментидан пикнинг тулик чиқишигача ўтган вақт. Пик кенглиги (M) – пикни бошланғичидан тугашигача оралиқдаги масофа.

Пик бэландлиги h- детектор сигналига паралел ўзгача йуналтирилиб ўлчанган, пикнинг энг юкори нуктасидан пол линиясигача бўлган масофа.

Пик юзаси (S) – чегараловчи пик ва унинг асоси орасидаги юза.

Сифат анализи газ хроматографиясида ушлаб туриш вақтини (ёки хажмини) ўлчап асосида олиб бориллади.

Микдор анализи газ хроматографиясида анализ қилинаётган намуна компонентлари концентрациясини (с) хроматограммадаги пиклар юзасига боғлиқлигига асосланган.

8 - машгулот

Моддаларнинг эриш хароратини аниқлаш

Гулханли фогометрия – ютиш ёки чиқаришнинг атом спектрлари бўйича миқдорий элементар таҳлилнинг оптик усулидир. У атом-абсорбцион таҳлилнинг бир тури ҳисобланади.

Усулнинг моҳияти шундан иборатки, текширилаётган эритмани аэрозол кўринишида газлар аралашмасида (ҳаво-пропан, ҳаво-ацетилен) ишлайдиган горелка гулханига қўйилади. Ҳаво ва ёнувчан газ босими доимий ушлаб турилади. Гулханда металл атомлари қўзғалади ва бу ҳолатдан қайта нормал ҳолатга ўтади, муайян тўлқин узунлигида ёруғлик чиқаради. Монохроматорли эмиссия спектриндан (оддий асбобларда ёруғлик филтрлари) аниқланаётган металлларга хос бўлган линиялар ажралади. Натрийни аниқлаш учун - $\lambda=589$ нм, калий - $\lambda=768$ нм, литий - $\lambda=671$ нм, стронций - $\lambda=460,7$ нм. Бу линияларнинг интенсивлиги бўйича намунадаги текширилаётган элементларнинг концентрациясини аниқлаш мумкин, бунинг учун металл тузларининг стандарт эритмалари бўйича калибрли графиклар тузилади.

9- машгулот

Спектрометрия усулида таҳлил қилиш

Аниқлаш тартиби. Атом-абсорбцион спектрометрияда фойдаланиладиган асбоблар конструкцияси бўйича ҳам, уларда ишлаш услубияти бўйича ҳам фарқланади, шунинг учун асбобга илова қилинадиган йўриқномага қатъий амал қилиш керак. Таҳлилни олиб боришнинг айрим умумий босқичларини янада келтиравемиз.

Талаб қилинаётган элементни аниқлашга мўлжалланган ичи говак катод лампаси ўрнатиб, ушбу элемент учун мос керакли тўлқинга қўйилади. Ёнувчи газ ва оксидловчи газнинг оптимал нисбати аниқланади, таҳминий маълумотларга яқин нисбатлар ўлчанади ҳамда назорат тажрибасида минимал ютилишнинг аниқланаётган элементнинг максимал ютилиши билан нисбати қайд этилади. Намуна пуркалган пайтдан бошлаб мувозанат ҳолатига етиш вақти аниқланади. Тешикнинг оптимал эни топилади, горелка устидаги оптик ўқининг оптимал баландлиги аниқланади ва грелка вертикал йўналишда силжиганда стандарт эритманинг энг юқори абсорбцияси топилади.

Градусланган графикни тузиш учун навбат билан горелка гулханига стандарт эритмалар киритилади, бунда текширилаётган элементнинг миқдори минимал бўлиб эритмадан бошланади. Уларнинг концентрацияси тўрттадан кам бўлмаслиги керак, текширилаётган эритмадаги концентрацияга яқини ҳам шулар жумласида. Ҳар бир ўлчаш камда икки мартадан олиб борилади. Графикни тузишда ўртача қиймат олинади.

Темир ва марганецни аниқлашда калибрланган стандарт эритмага (кейингичатик таҳлил қиланиётган эритмага ҳам) 100 мл текширилаётган эритмага 25 мл дан кальций тузи эритмаси қўйилади, магний ва кальцийни аниқлашда 100 мл га 25 мл дан лаптан тузи эритмаси қўйилади.

Таҳлил қилинаётган эритма билан абсорбция стандарт эритма билан абсорбцияни ўлчагандек ўлчанади, аммо асбоб яхшилаб ювилади, бунинг учун ундан таркибда концентрацияланган HNO_3 бўлган 1,5 мл ионсизлаштирилган дистилланган сув ўтказилади. Ўлчашларнинг натижалари худди фотометрик ўлчовлардагидек ҳисобланади.

10- машгулот

Потенциометрик титрлаш усулида таҳлил қилиш

Электрохимёвий ўлчовлар негизида электролиз жараёни ётади. Электролиз-эритмага туширилган электродларда, электр токи таъсирида кечадиган кимёвий реакциялардир. Электр майдонида мусбат зарядланган ионлар (катионлар) катодга, манфий зарядланган ионлар (анионлар) анодга томон ҳаракатланади. Катодда

электролит таркибига кирувчи ионлар ва молекулаларнинг қайтарилиши, анодда эса – оксидланиши юз беради.

Электродларда ҳосил бўладиган моддаларнинг миқдори ва ўтказилган ток миқдори Фарадей қонунига бўйсунди. Электролиз ёрдамида оддий кимёвий жараёнларда эришилиши анча мураккаб бўлган, юқори самарали ва юқори селектив оксидланиш ва қайтарилиш реакцияларини амалга ошириш мумкин. Шу тўғрисида электрохимиявий усуллар ҳаво, тупроқ ва сувдаги турли ифлословчи қўпгина органик ва анорганик моддаларнинг энг кам миқдорларини (РЭК даражасида) аниқлаш имконини беради. Аммо, электрохимиявий усуллар, юқори сезгирли ва селективлигига қарамай, экологик аналитик кимёда хроматографик ва спектрал таҳлил усулларида, айниқса, органик бирикмаларни таҳлил қилишда, анча кам қўлланилади. Бу шунга боғлиқки, хроматографик усуллар ўнлаб ва юзлаб назорат қилинаётган бирикмаларни ажратиш имконини беради ва бунда қўшимча аралашмаларнинг ҳалал бериши билан боғлиқ муаммолар тугилмайди.

Шунга қарамай электрохимиявий усуллар атроф – муҳитнинг низоҳатда ҳавфли ифлословчилари қаторига кирувчи оғир металлларни таҳлил қилишда, шунингдек айрим захарли учувчан органик бирикмалар – альдегидлар, аминлар, анилинлар, нафтоллар, хинонлар ва бошқаларни идентификациялашда (газли хроматографияга қўшимча тарзда) ўз ўрнини топти.

Электрохимиявий усуллардан, хусусан полирографиядан фойдаланишга саноат корхоналарининг ишчи зонаси ҳавосидаги оғир металлларни (кўрғошин, сурма, мис, цинк, кадмий ва бошқалар) аниқлашнинг айрим стандарт услублари, шунингдек атмосфера ҳавоси ва тупроқ учун стандарт услублар асосланган.

Электрохимияда аниқланаётган модда концентрацияга боғлиқ ўлчам сифатида потенциал (E , В.), ток кучи (A , мкА ёки мА), қаршилик (R , Ом) ёки электр миқдори олиниши мумкин. Электрохимиявий таҳлилларни олиб бориш учун электрохимиявий ячейка (электролит эритмасидаги электродлар жуфтligи) дан иборат электр занжири керак, бу ячейканинг таркибий қисми таҳлил қилинаётган эритмадир. Ташқи занжир эса металл ўтказгичлар ва ўлчов мосламасидан тuzилган.

11- машгулот

Хроматография усулида моддаларни бир биридан ажратиш

Зудлик билан ҳаво ифлосланишининг таркибини аниқлаш лозим бўлганда газларнинг намуналарини олиш учун қўпинча ҳаво таркибидаги аниқланиши лозим бўлган моддани ютувчи суюқлик билан тўлдирилган, шиша идишлар қўлланилади. Изланаётган зарарли моддани бир вақтда йиғилиши билан суюқликка юттириб ажратиб олиш ушбу услубни афзаллиги ҳисобланади. Бундан ташқари таҳлилни аниқлигига юқори талаблар ўрнатилганда, одатда таҳлил суюқ фазада амалга ошириладиган (титрлаш, калориметрик ва электрохимиявий таҳлил) ҳолларда моддани концентрациялашдан олдин дастлабки ишлов оддийлаштирилади. Тегинли бўёвчи реактив иштроқда фақатгина моддани таҳлилни эмас, балки уни ажратиши бир вақтда амалга оширилади.

Лабораторияда перфорацияланган (тешикли) пластинкали юувчи идишлар ишлатилиши лозим, бунда пастки қисмини тез алмаштириш ва ювиш мумкин, ютувчи суюқликни эса 25мл ҳажмдаги кичик қолбага кейинчалик таҳлил ўтказиш учун қуйиб қўйиш керак.

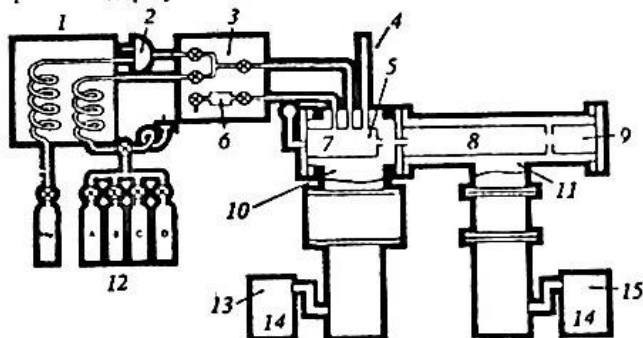
12- машгулот

Газ –суюқлик хроматография усулида моддаларни бир биридан ажратиш

Газ хроматограф каби, масс-спектрометр ҳам нисбатан мураккаб бўлмаган асбобдир, уларнинг ҳар бири ёрдамида олинган аналитик маълумотлар эса содда ва

фойдаланиш учун қулай. Бу иккала асбоб тўғридан-тўғри ягона хромато-масс-спектрометрик тизимга бирлаштирилганда, бундай асбобнинг аналитик имкониятлари кўп маротаба ортади.

Хромато-масс-спектрометрия асосий элементлари – газ хроматографи, масс-спектрометр, ва компютер. Унинг тузилиши 14 – расмда келтирилган. Текшириладиган аралашма хроматографиянинг парлатирувчиси (1) га киритилади, у ерда буг кўринишида тушувчи газ билан бирга босим остида хроматографик колонкага тушади, у ерда ажратилип содир бўлади.



14-расм. Газ хроматографи тизими – хромато-масс-спектрометрик блок схемаси ва принципал қурилмаси.

1-газ хроматограф; 2-сепаратор; 3-кириш тизими: ишчи газ хроматографи ёки сепараторли ёки сепараторсиз напуск блони билан таъминлайди; 4-намунани ионлар манбаига тўғри кириши; 5- ионизация областидаги босим: кимёвий ионизацияни диафрагмели манометр билан алоҳида ўлчайилади; 6- напускни кўздирадиган балони; 7- ионлар манбаи; 8-масс-анализатор; 9-детектор; 10- ионлар областидаги босим: кимёвий ионизация ва электрон зарбали ионизация учун алоҳидали ионизация манометри билан ўлчайилади; 11-анализатор областидаги босим: алоҳида ионизация манометр билан ўлчайилади (10^{-4} Па / 10^{-6} мм сим.уст. атрофида); 12-газлар-реагентлар; 13-ионлар манбаининг вакуум тизими; 14-насос; 15- масс-анализаторини вакуум тизими.

Ҳар бир компонент колонкадан ташувчи газ токида молекуляр сепаратор (2) га тушади, у ерда оқимдан ташувчи газнинг асосий қисми ҳайдалади. Бунда босим (одатда атм. босими) масс-спектрометрдаги ишчи босимгача пасаяди (10^{-2} - 10^{-3} Па). Молекуляр сепараторларнинг таъсири принципи ташувчи газ ва текшириладиган модда молекулаларининг турли ҳаракатчанлигига, ёки уларнинг ярим ўтказувчи мембрана орқали турли ўтказувчанлигига асосланган.

Сепаратордан кейин модда масс-спектрометрининг ион манбаи (7) га келиб тушади. Ионлаштиш тезлашувчан электронлар, бир жипсли бўлмаган электр майдони ёки газ-реагентнинг ионлари билан амалга оширилади. Ионлаштишда вакуумдаги молекулалар турли массадаги характеристик ионлар гуруҳини ташкил қилади. Ҳосил бўлган ионлар масс анализатори (8) билан ажратилади ва ион тоқининг интенсивлигининг ионлар массасига боғлиқлигини қайд қилувчи детектор (9) га тушади. Бунда ҳосил бўлган ионлар сони масс-спектрометрга келиб тушаётган модда миқдорига пропорционал.

Масс-спектрометрга ўрнатилган детектор (9) ёрдамида ва ион тоқи ўзгаришига таъсирчан бўлган хроматограмма ёзилади. Шундай қилиб, масс-спектрометр хроматографиянинг (1) детектори бўлиб хизмат қилади. Хроматограмма ёзуви билан бир

вакtda хроматографик пикнинг ҳар қандай нуктасида масс-спектр ҳам қайд қилиниши мумкин, у компонентни тузилишини аниқлаши, яъни уни идентификация қилиши имконини беради.

13- машғулот

Газоанализаторлар ёрдамида қурилиш материаллари таркибдаги захарли моддаларни аниқлаш

Водородсульфидни ҳам концентрациясини аниқлашда $\text{Cd}(\text{OH})_2$ суспенциясига ютилиши содир бўлади. Намуна олингандан сўнг суспенцияни кислотада эритилади, бир вақтда метилен хаво ранги ҳосил бўлиш реакцияси олиб борилади. Ютилишда ва оксидлаш натижасида йуқотилган H_2S 10% дан кам бўлади ва у кейинчалик ҳисобга олинмайди.

Ишлаш тартиби: Хаво намунаси 27 л / мин тезлик билан 30 минут давомида 50 мл аралашган ютувчи аралашма гўлдирилган юувчи склянка-акс эттиргич орқали ўтказилади. Сўнгга склянкага 0,6 мл аралаштирилган аминни сернокислий эритмаси ва бир томчи FeCl_3 эритмаси қўпилади, ҳажми 50 мл бўлган ўлчов колбасини тайёрланган аралашма билан гўлдирилади ва 30 минутга қолдирилади.

Эркин эритма 45 мл янги суюлтирилган ютувчи эритмадан, 0,6 мл сернокислий эритмани 50 млгача сув билан суюлтирилиб тайёрланади. Эркин эритма колориметрик аниқлашда солиштирувчи эритма сифатида хизмат қилади.

Текширилаётган эритмани оптик зичлиги солиштирувчи эритмага нисбатан 670 нм тўлқин узунлиқда аниқланади. Агар оптик зичлиқни ўлчанган қиймати калибрланган эгри чизикдан ташқарида бўлса, эритмани белгиланган тартибда солиштирувчи эритма билан суюлтирилади.

Калибрланган эгри чизикни H_2S ни қиймати 0,9 мкг бўлган H_2S ни стандарт эритмаси ёрдамида тайёрланади. Уни устига 45 мл ютувчи эритма, 0,6 мл аминсернокислий эритмаси ва бир томчи FeCl_3 эритмаси қўпилади.

14- амалий машғулот

Қурилиш материалларини амперометрия усулида таҳлил қилиш

Амперометрия одатда ишчи зонадаги хавода оғир металл аралашмаларини аниқлашда фойдаланилади. Россияда ишчи зона атмосфераси учун стандарт сифатида 20 тадан ортиқ поляррографик методикалар тасдиқланган, АҚШ да эса саноат корхоналари ишчи зона хавосида қўроғшин, кадмий, галлий ва индийни аниқлаш учун поляррографияга асосланган расмий методикалар мавжуд.

Металларни аниқлашда (улар хавода аэрозоллар кўринишида мавжуд ва қаттиқ адсорбентлар ёки суюқ ютувчи томонидан ютилмайди). Катта миқдордаги хаво намунаси (2-3 м³, сарфи 100-150 м/мин) 20-30 дақиқа давомида толали материаллар — шиша толали (ФСВА филтрлари) ёки полимер толали (АФА филтрлари) филтрлар орқали аспирацияланади.

Хаво намунаси танилангандан сўнг филтрлар ёкиб юборилади, карбонат натрий ёки калий билан кулга айлантирилади ва концентрат кучли кислотада эритилади (азот, хлор кислотаси ёки уларнинг аралашмалари). Бундан мақсад — металлларни эрувчан тузларга айлантириш. Металл тузлари эртмалари тегишли қайта ишловдан сўнг поляррографда таҳлил қилинади. Аниқ мисол тариқасида аҳоли пунктларидаги атмосфера хавосида қўроғшин, қалай, мис, кадмий каби ифлословчиларни аниқлашнинг поляррографик методикасини кўриб чиқамиз. Уларни аниқлаш қалай, қўроғшин, мис ва кадмий ионларининг симболи томчиловчи электродда 2% ли шавел кислотаси фоника қайтарилшига асосланган.

Хаво 150 л/мин тезликда 30-40 дақиқа давомида махсус патровга жойлаштирилган АФА-В-18 филтр орқали аспирацияланади.

Намуна ва филтър кимевий стаканга ўтказилади, унга 10 л азот кислотаси қўзилади (1:3) ва мунтазам аралаштириб сув хаммомида 5-10 дақиқа давомида қиздирилади. Кейин филтър шиша таёқча билан эзилади, дистилланган сув билан ювилади, олинган эритма сув хаммомида қуригунча парлантилади. Қуруқ қўкма 10 мл 2% - ли шавел кислотасида эритилади. Эритмадан кислородни ҳайдаб чиқариш учун у азот билан пуфланади, ҳамда симобли томчилловчи электродли полярографда қутблантирилади. Мис, қўргошин, қалай ва кадмийнинг қайтарилиши токининг энг юқори нуқтаси потенциаллари тегишлича -0,36; -0,68, -0,74 ва -0,84 В га тенг.

Қўргошин ионларининг ҳавода аниқлаш чегараси $0,002 \text{ мг/м}^3$; калайники -0,01 г/м^3 , мисники - $0,0006 \text{ мг/м}^3$ ва кадмийники - $0,002 \text{ мг/м}^3$ га тенг.

Катта ҳажмлардаги ҳавони аспирациялашда уларни аниқлаш чегараси пасайтирилиши мумкин. Ишчи зона ҳавосида (рангли металлургия соҳасида) мис, никель ва кобальтни аниқлаш учун (бу металллар РЭК и тегишлича 1 : 0,05 ва 0,5 мг/м^3 га тенг) ҳам ушбу металл комплексларининг симобли томчилловчи электродида диметилглиоксим билан қайтарилишига асосланган полярографик методикасидан фойдаланилади. Фон сифатида натрий сульфат қўшилган 0,1 н хлорид - аммиак эритмаси, режим сифатида эса ўзгарувчан ток танланади. Миснинг қайтарилиши потенциали - 0,25 В, никельники - 0,86 В, кобальтники - 1,02 В.

Ҳажмий сарфи 10 л/мин бўлган ҳаво АФА-ВР-20 филтри орқали аспирацияланади. Ушбу захарли металлларнинг ярим РЭК ва ундан ҳам паст мақдорларини аниқлаш учун 50 л ҳаво кифоя.

Филтърдаги намуна сопол тигилга филтър билан бирга қўчирилади ва 500°C да 30 дақиқа муфелли печда қулга айлантрилади.

Совутилгандан сўнг қул қолдиги концентранган HCl да эритилади, нам тузларгача буглантилади, сув ва рН 9,0 гача бўлган аммиак қўзилади. Кейин диметилглиоксим ва натрий сульфат эритмалари, шунингдек 1 мл хлорли-аммиак эритмаси қўзилади. Эритма ҳажми сув билан 10 мл гача сказилади ва аралаштрилади. 15 дақиқадан сўнг эритма симобли томчилловчи электрод жойлаштирилган полярограммнинг электролитик ячейкасига ўтказилади ва 0,1-1,5 интервалда полярограммаси ёзиб олинади. Металларни микродорй ўлчаш олдиндан тузилган градусланган график бўйича амалга оширилади. График ҳавода мавжуд металлларни тахлил қилиш шароитида металл тузларининг стандарт эритмалари тахлили асосида тузилади. Аниқлашнинг қуйи чегараси мис учун $0,15 \text{ мг/м}^3$, никель учун - $0,005 \text{ мг/м}^3$ ва кобальт учун - $0,1 \text{ мг/м}^3$ (50 л ҳавода).

Полярография усулида органик бирикмаларнинг кўп микдорини аниқлаб бўлмайди. Чунки факат электроактив, яъни факат электролитик ячейкада оксидланиш-қайтарилиш реакциясига киришадиган бирикмаларга нисбатан тўғридан-тўғри электрокимевий усулдан фойдаланиш мумкин.

15- амалий машғулот

Қурилиш материалларини кулонометрия усулида тахлил қилиш

Кулонометрия (аксарият электрокимевий усуллар каби) ҳавода, сувда ва тупрокда учувчан органик бирикмаларни аниқлашда деярли фойдаланмайди, аммо қўпинча қатор металллар, аорганик бирикмалар ва аорганик газларни аниқлашда қўлланилади. Кулонометрик тахлил М.Фарадей номи билан боғланади, аммо у амалда илк марта 1938 йилдагина озик-овқат маҳсулотларида оғир металлларни аниқлашда ишлатилган.

Кулонометрия усули ишчи зона атмосфраси ва ҳавосида саноат чиқиндиларида, автомобиль газларида бир қатор муҳим ифлословчилар (галогенлар, озон, олтингугурт ва углерод оксидлари, олтингугурт водороди ва ҳақ.) ни тез аниқлаш имконини берувчи турли хил газоанализаторларда айниқса мувафаккиятли фойдаланилади.

Газларнинг кулонометрик тахлили текшириладиган модда жиришадиган электрод реакциясининг токини ўлчашга асосланган. Бу модда деполяризатор бўлиб, электр ячейкага текшириладиган газ билан бирга тўхтовсиз узатилади. Электродда кечадиган реакциянинг хусусиятига кўра кулонометрик усулдан қайтарувчилар ва оксидловчиларни аниқлашда фойдаланиш мумкин.

Бошқа электрохимий усуллардан фаркли ўлароқ (полярография, кондуктометрия, потенциометрия ва х) кулонометрик тахлилда ток электролитик ячейкага бериладиган электрохимий фаол модданинг миқдори билан ўлчанади ва одатий шароитда бошқа усуллар билан ўлчашлар олиб борилганда унинг натижасига таъсир қиладиган омилларга боғлиқ бўлмайди. Бу омиллар: ҳарорат, электродлар юзаси ҳолати, аралашш жадалиги ва бошқалар.

16- амалий машғулот

Қурилиш материалларини кондуктометрия усулида тахлил қилиш

Газоанализаторларининг таъсири кулонометрия принципига асосланади ва автомобиль двигателарининг ишлатилган газларидаги CO ва CO_2 ни экспресс аниқлаш имконини беради.

Кондуктометрия текшириладиган эритманинг солиштирма электр ўтказувчанлигини ўлчашга асосланган. Ушбу электрохимий усул аналитик кимёнинг энг қадимий физик-химий усулларида бири ҳисобланади.

Одатда кондуктометрия ҳаводаги ифлословчи моддаларни аниқлашда ва камдан-кам сув ва тупроқни тахлил қилишда фойдаланилади. Кондуктометрия асосида ишлаб чиқилган қатор газоанализаторлар азот саноатида, олтингугурт водороди, олтингугурт оксиди, азот оксиди, галогенлар ва галоген водородларни аниқлашда муваффақиятли фойдаланилади.

Корхона ишчи зонаси ҳавосида токсик фосфор оксидларини аниқлашда саноатда кондуктометрик газоанализатор кенг қўлланилади, унинг таъсири текшириладиган моддаларнинг полипропилен тонали, сув билан суўриладиган филтрловчи тўсиқ орқали уларни ўтказиш йўли билан сув томонидан ютилишига асосланган. Буида фосфор ангидриди фосфор кислотасини ҳосил қилади, фосфорнинг куйи оксидлари эса калий перманганат иштирокида фосфор кислотасигача оксидланади, у ўз навбатида сув эритмасида диссоциацияланади. Ўлчов ячейкасида эритманинг электр ўтказувчанлиги 2 та платина электроди ёрдамида аниқланади.

Кондуктометрия шунингдек, Газли, айниқса суюқлик ва ионли хроматографияда детектирлаш усули сифатида ҳам қатта аҳамиятга эга.

Ҳавода, сувда ва тупроқда ионларни (нитратлар, хлоридлар, сульфатлар, цианидлар ва бошқалар) аниқлаш зарур бўлганда хроматографик тақсимлаш ва кейинчалик бирикмаларни кондуктометрия (ёки кулонометрия) ёрдамида детектирлаш энг мақбул усул ҳисобланади.

17- амалий машғулот

Қурилиш материалларини қогоз хроматографияси усулида тахлил қилиш

Текширилувчи намунанинг сифат таркиби қогозда тақсимланиш хроматографияси усулида ҳам ЮҚХ даги каби алоҳида доғларнинг ўзига хос ранги бўйича ёки ҳар бир компонент R_f нинг сон қиймати бўйича аниқланади.

Қогоз хроматографиясида миқдорий аниқлинишлар ҳам ЮҚХ даги сингари ё хроматографик характеристикалар (хроматограммадаги доғ сатҳи ва унинг бўйлиш жадалликлари) бўйича ёки юшиб чиқариш усули билан бажарилади. Қўпинча, хроматограмма

доглар сонига караб бир неча алохида қисмларга кесиб олинади, ҳар бир дог тегишли эритувчида эритилади ва ажралиб чиққан модда эритмаси мос келувчи (фотометрик, полярографик ва бошқа.) усул билан аниқланади.

Даражаланган график $S - I_{\text{гс}}$ бўйича аниқлаш усули яхшироқ натижалар беради. Бунда S -дог сатҳи, C -модда концентратсияси. Кўрсатилган координаталарда график тўғри чизикли бўлади. Шунингдек, дог рангининг жадалликсигидан ҳам фойдаланилади, у модда концентратсиясига мутаносиб бўлади.

Суюқлик тақсимланиш хроматографияси усули билан анорганик сифат таҳлилида катионлар аралашмаси, аминокислоталар аралашмаси ва бошқа органик кислоталар, бўёқлар аралашмаси ва бошқалар ҳам муваффақиятли таҳлил қилинади.

18- амалий машғулот

Қурилиш материалларининг юпқа кат.амли хроматография усулида таҳлил қилиш

Қўпинча бу мақсадда эритувчилар аралашмаси масалан, бутил ёки амил спиртининг метил ёки этил спирт билан аралашмаси, фенолнинг сувдаги тўйинган эритмалари ва бошқалар ишлатилади. Эритувчиларнинг турли аралашмаларини ишлатиш R_f ни бир меъёрга ўзгартиришга ва демак, аралашманинг таркибий қисмларга ажралиши учун қулай шароитлар тўптиришга имкон беради.

Текширилувчи намунанинг сифат таркиби коғозда тақсимланиш хроматографияси усулида ҳам ЮҚХ даги каби алохида догларнинг ўзига хос ранги бўйича ёки ҳар бир компонент R_f нинг сон қиймати бўйича аниқланади.

Қоғоз хроматографиясида миқдорий аниқланишлар ҳам ЮҚХ даги сингари ё хроматографик характеристикалар (хроматограммадаги дог сатҳи ва унинг бўялиш жадалликсиги) бўйича ёки ювиб чиқариш усули билан бажарилади. Қўпинча, хроматограмма доглар сонига караб бир неча алохида қисмларга кесиб олинади, ҳар бир дог тегишли эритувчида эритилади ва ажралиб чиққан модда эритмаси мос келувчи (фотометрик, полярографик ва бошқа.) усул билан аниқланади.

Даражаланган график $S - I_{\text{гс}}$ бўйича аниқлаш усули яхшироқ натижалар беради. Бунда S -дог сатҳи, C -модда концентратсияси. Кўрсатилган координаталарда график тўғри чизикли бўлади. Шунингдек, дог рангининг жадалликсигидан ҳам фойдаланилади, у модда концентратсиясига мутаносиб бўлади.

Суюқлик тақсимланиш хроматографияси усули билан анорганик сифат таҳлилида катионлар аралашмаси, аминокислоталар аралашмаси ва бошқа органик кислоталар, бўёқлар аралашмаси ва бошқалар ҳам муваффақиятли таҳлил қилинади.

Қурилиш материалларининг физик-қимёвий таҳлиliga доир келтирилган масалалар жавоблари

1-жавоб: α -Нафтоллар (бирикмаларни спектрлари тўлиқ бир бирига мос келади).

2-жавоб: 1-бром-3-метилбутан.

3-жавоб: 2,4-динитрофенол.

4-жавоб: Кислород қўйидаги функционал гуруҳларга кириши мумкин: OH , C=O турли карбонил сақлаган гуруҳлар, SO , SO_2 гуруҳлари.

Ўрганилаётган бирикма спектрида 2960 см^{-1} (ν_{CH_2} ютилиши) дан юқорида ютилиш кузатилмайди, бунда OH гуруҳи бўлмайди.

Карбонил сақлаган гуруҳлар $\nu_{\text{C=O}}$ $1800 - 1600 \text{ см}^{-1}$ оралиқда кучли ютилиш соҳасига эга бўлади. Ўрганилаётган бирикмада бу соҳадаги ютилиш чизиги кузатилмаса, у C=O қўйилишидаги кислородни тутмайди.

Сульфоксид гуруҳига хос бўлган $1070-1030 \text{ см}^{-1}$ соҳани бўлмаслиги S=O гуруҳли бирикманинг йўқлигидан далолат беради.

Сульфонлар иккита кучли соҳа $1350 - 1300$ ва $1160 - 1120 \text{ см}^{-1}$ билан характерланади, улар ёйилган ҳолатда бўлиши мумкин. Тегишли соҳалар ўрганилаётган бирикма спектрида ($1312, 1282$ ва 1130 см^{-1}) кузатилади. Тегишлича бирикмада олтингутурт ва кислород SO_2 гуруҳи кўринишида бўлса, бирикманинг структураси $(\text{n-C}_3\text{H}_7)_2\text{SO}_2$ ушбу кўринишда бўлади.

5-жавоб: Спектрда иккита кескин соҳалар 3485 ва 3356 см^{-1} кузатилади. Бундай ютилиш бирламчи аминларга хосдир. NH_2 гуруҳини деформацион тебранишига 1616 см^{-1} даги ютилиш соҳаси мос келади. NH_2 гуруҳини яссимас деформацион тебраниши $900 - 650 \text{ см}^{-1}$ соҳада ўртача интенсивликдаги кенг чўққини беради. Бу тебранишга тегишлича 792 см^{-1} даги ютилиш спектри ҳам керади.

Иккинчи азот атоми ёки ҳар қандай кислород сақлаган гуруҳ (NO_2, NO) киради, ёки азот ва кислород атомлари турли гуруҳлар таркибига киради.

Углерод ва водород атомлари миқдорлари нисбатидан кўринадиКҚи, ўрганилаётган бирикма тўйинмаган ҳисобланади. Тўйинмаган ва ароматик нитро бирикмалар антисимметрик ва симметрик нитро гуруҳини валент тебраниш соҳасига $1500 - 1510$ ва $1365 - 1335 \text{ см}^{-1}$ эга бўлади. Ўрганилаётган бирикманинг спектрида 1500 ва 1335 см^{-1} соҳалар мавжуд. Демак, моддада нитро гуруҳи бор.

ИК-спектрда ўринбосарларнинг ҳолати бир хиллиги шуни кўрсатмайдики, $860 - 800 \text{ см}^{-1}$ ютилиш соҳасини кузатилмаслиги бирикма $1,2,3,4$ – тетра алмашинган ҳолатда эмас экан. 890 см^{-1} даги ютилиш $1,2,3,5$ – ва $1,1,4,5$ – тетра алмашинган ароматик халқаннинг C–H боғини яссимас деформацион тебранишига тегишли бўлиши мумкин.

Бирикмани структураси 4-нитро-2,6-дихлоранилиндир.

6-жавоб: $(\text{CH}_3)_2\text{CHNO}_2$

$1560 \text{ см}^{-1} - \nu_{\text{as}} \text{NO}_2$
 $1390 \text{ см}^{-1} - \nu_{\text{s}} \text{NO}_2$
 $848 \text{ см}^{-1} - \text{C-N боғи тебраниши}$
 Бошқа тебранишлар
 $2960 \text{ см}^{-1} - \nu_{\text{CH}}$
 $1470 \text{ см}^{-1} - \delta_{\text{as}} \text{CH}_3$
 $1355 \text{ см}^{-1} - \delta_{\text{s}} \text{CH}_3$
 Бошқа тебранишлар
 $3226 \text{ см}^{-1} - \nu \text{ NH}$
 $1660 \text{ см}^{-1} - \text{амид I соҳаси}$
 $1545 \text{ см}^{-1} - \text{амид II соҳаси}$
 $720 \text{ см}^{-1} - \text{иккиламчи амид соҳаси}$

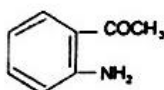
7-жавоб: $\text{CH}_2 = \text{CHCONHC}(\text{CH}_3)_3$

Бошқа тебранишлар
 $3050 \text{ см}^{-1} - \nu_{\text{CH}_2}$
 $2941 \text{ см}^{-1} - \nu_{\text{CH}}$
 $1618 \text{ см}^{-1} - \nu_{\text{C=C}}$
 $1447, 1380 \text{ см}^{-1} - \delta_{\text{CH}_3}$
 $990 \text{ см}^{-1} - \delta = \text{CH}_3$
 $1736 \text{ см}^{-1} - \nu_{\text{C=O}}$
 1235 см^{-1} да C–O боғга тегишли тебраниш
 Бошқа тебранишлар:
 $2940 \text{ см}^{-1} - \nu_{\text{C-H}}$
 $1460, 1380 \text{ см}^{-1} - \delta_{\text{CH}_3}$

9-жавоб: $\text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CN})_2$

$3330 \text{ см}^{-1} - \nu \text{ NH}$
 $2212 \text{ см}^{-1} - \nu \text{ C}\equiv\text{N}$
 $1504 \text{ см}^{-1} - \delta_{\text{NH}}$
 1236 см^{-1} да C–N боғи

10-жаъоб:

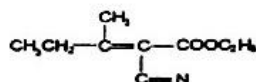


Бензол ҳалқасидаги алмашнинг турлари тегишли соҳага аминно гуруҳини текисмас деформацион тебраниш соҳаси ҳам туғри келади.

11-жаъоб:



12-жаъоб:



13-жаъоб: HSCH₂CH₂SH

қатнашадиган тебраниш

3450, 3340 см⁻¹ – ν_{NH2}

1680 см⁻¹ – ν_{C=O}

1630 см⁻¹ – ν_{NH2}

Бошқа тебранишлар:

1600, 1500 см⁻¹ да C–N ароматик

ҳалқа тебраниши

1460 ва 1355 см⁻¹ – δ_{CH2}

1030 см⁻¹ – ν_{S–O}

Бошқа тебранишлар:

3010 см⁻¹ – ν_{CHаром}

1605, 1500 см⁻¹ – ароматик ҳалқа

тебраниши

775, 702 см⁻¹ – моноалмашнинг

бензол учун характерли

ароматик ҳалқани яси бўлмаган

деформацион тебраниши

2220 см⁻¹ – ν_{C≡N}

1720 см⁻¹ – ν_{C=O}

1210 см⁻¹ – C–O боғи

иштирокидаги тебраниш

Бошқа тебранишлар:

2941 см⁻¹ – ν_{CH}

1600 см⁻¹ – ν_{C=C}

1471, 1380 см⁻¹ – δ_{CH2}

2250 см⁻¹ – ν_{SH}

Бошқа тебранишлар:

2925 см⁻¹ – ν_{CH}

1438 см⁻¹ – δ_{CH2}

Асосий адабиётлар

1. Дьяков А.О., Московская Э.Т., Новичихин А.В. Физико-химические методы анализа. Спектральные методы анализа. Санкт-Петербург:СПбГТУ. 2014 -340 с.
2. Иоффе Б.Ф., Костиков Р.Р., Разин В.В. Физические методы определения строения органических соединений. - М.: Высшая школа. 2015.-285 с.
3. Mass K.A., Wolman D.N. Electron spin resonance studies of ultra Violet-Irradiated. N-Y. Faraday Soc. -1999. -1209 p.
4. Дорохова Е.Н. и др. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа. М.: Высшая школа. 2010.-294 с.
5. Ляликов Б.С. Физико-химические методы анализа. М.: Химия. 2013.-258 с.

Қўшимча адабиётлар

6. Мирзиёев Ш.М. Эркин ва фаровон, демократик Ўзбекистон давлатини биргаликда барпо этамиз. - Тошкент: «Ўзбекистон» НМИУ, 2016. – 56 б.
7. Мирзиёев Ш. М. Танқидий таҳлил, катъий тартиб-иқтисом ва шахсий жавобгарлик – ҳар бир раҳбар фаолиятининг кундалик қондаси бўлиши керак. Мамлакатимизни 2016 йилда иқтисомий-иқтисодий ривожлантиришнинг асосий яқунлари ва 2017 йилга мўлжалланган иқтисодий дастурнинг энг муҳим устувор йўналишларига бағишланган Вазирлар Маҳкамасининг кенгайтирилган мажлисидаги маъруза, 2017 йил 14 январь. – Тошкент: «Ўзбекистон», 2017. – 104 б.
8. Paulik E., Paulik I., Erdey J. Educations of a termicals proprieties some polymers. // J. anal. Chem. -1999 -№11 –p. 1958-1962.
9. Ваттс Д., Дженкинс Г. Спектральный анализ и его применение. –М.: Мир, 2005. - с.244.
10. Дж.Оудиан. Основы химии полимеров. –М.: Мир,1998. - с.614.
11. Калинина А.И., Моторина Н.И. Анализ конденсационных полимеров. -М.: Химия, 1999. -с.240.
12. Торопцева В.С., Бондаренко А.И. Практикум по химии высокомолекулярных соединений. – М.: Химия, 1997. -с.360.
13. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. –Л.: Химия, 1986. - с.241.
14. Атлас спектров ЯМР фирмы "Varian-YP". - 2010. –с. 32.
15. Казанцева Л.А., Куплетская Н.Б. Применение УФ-,ИК-, ЯМР- и Масс-спектропии в органической химии. –М.:Издат.МГУ, 2013. - с.237.

Мундарижа

Кириш.....	3
1-амалий машғулот. Қурилиш материалларидан олинган органик бирисмаларни физик-химёвий таҳлилга доир масалалар ечиш.....	4
2-амалий машғулот. Ҳаво намунасини олиш.....	9
3-амалий машғулот. Эритмадаги модданинг (водород сульфидни) концентратиясини аниклаш.....	10
4-амалий машғулот. Намуналарининг ИК - спектрларини олиш.....	11
5--амалий машғулот. ИК-спектрга асосланиб элементнинг формуласини аниклаш.....	12
6-амалий машғулот. ИК-спектрга асосланиб элементнинг формуласини аниклаш.....	13
7 - амалий машғулот. Газ- суюқлик хроматографик таҳлилни олиб бориш.....	14
8 - амалий машғулот. Моддатларнинг эриш ҳароратини аниклаш.....	16
9 - амалий машғулот. Спектрометрия усулида таҳлил қилиш.....	16
10 - амалий машғулот. Потенциометрик титрлаш усулида таҳлил қилиш.....	16
11 - амалий машғулот. Хроматография усулида моддаларни бир бирдан ажратиш.....	17
12 - амалий машғулот. Газ -суюқлик хроматография усулида моддаларни бир бирдан ажратиш.....	17
13 - амалий машғулот. Газоанализаторлар ёрдамида қурилиш материаллари таркибдаги захарли моддаларни аниклаш.....	18
14 - амалий машғулот. Қурилиш материалларини амперометрия усулида таҳлил қилиш.....	19
15 - амалий машғулот. Қурилиш материалларини кулонометрия усулида таҳлил қилиш.....	20
16 - амалий машғулот. Қурилиш материалларини кондуктометрия усулида таҳлил қилиш.....	21
17 - амалий машғулот. Қурилиш материалларини қогоз хроматографияси усулида таҳлил қилиш.....	21
18 - амалий машғулот. Қурилиш материалларини юпқа қатламли хроматография усулида таҳлил қилиш.....	22
Қурилиш материалларининг физик-химёвий таҳлилга доир юлтирилган масалалар жавоблари.....	22
Адабиётлар рўйхати.....	25

