

AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASI TƏHSİL NAZİRLİYİ
SUMQAYIT DÖVLƏT UNİVERSİTETİNİN NƏZDİNDƏ
SUMQAYIT DÖVLƏT TEXNİKİ KOLLECI

«Analitik kimya-1»

fənnindən mühazirələr

Orta ixtisas təhsili müəssisələrində
fənnin tədrisi üçün nəzərdə tutulub

Tərtib edən: Əliyeva Leyla İlqar qızı

SUMQAYIT-2020

Analitik kimyanın qısa inkişaf tarixi.

Elmin tarixinə marağ o zaman artır ki, onun inkişafı durğunlaşır, və ya inkişafı evolyusiya ilə, yəni yavaş gedir. İnkişaf sürətli olduqda isə, yəni bir kəşf digərini qabaqlayanda, ya da yeni metodları bir birinin ardınca yoxlamaq və ya reallaşdırmaq lazım gələndə isə, tarixə fikir verilmir.

Belə fikirlərdə bəlkə də məntiq var, ancaq elmin tarixini hər bir halda öyrənmək lazımdır. Elmin tarixini bilmək onu öyrənəni metodoloji silahlandırır. Bu bilik elmə həvəsi artırır, ona daha yaxın edir. Bir sıra alimlər belə güman edirlər ki, elmin tarixinin öyrənilməsi sonrakı inkişafın aləti rolunu oynayır. Məsələn, rus alimi V.İ. Vernadski yazırdı ki, elmin tarixi yeni nailiyyət üçün vasitədir.

Analitik kimyanın xüsusiyyətlərini, inkişaf mexanizmini, üsullarının mənbəyini başa düşmək və gələcəkdə nəyin gözlənildiyini dəyərləndirmək üçün bu elmin keçmişini öyrənmək vacibdir. Bundan əlavə analitik kimyanın tarixi maraqlıdır. Keçmişin alimlərinin fəaliyyətində insanlar üçün örnək ola biləcək hallara da tez-tez rast gəlinir.

Analitik kimyanın kimya elminin əsası olduğu fikrini bir çox tarixçilər irəli sürür. Yeni elementlər nüvə reaksiyalarının köməyi ilə alınana qədər onların kəşfi elə analitik kimyanın məsələlərindən idi, ancaq bu halda da analitik kimyanın metodologiyası olmadan keçinmək mümkün deyil.

Analitik kimya uzun tarixi yol keçmişdir. Bu yolu aşağıdakılara ayırd etmək olar: qədim dövr, əlkimya dövrü (IV—XVI əsr), yatrokimya dövrü (XVI—XVII əsr), flagiston dövrü (XVII— XVIII əsr), elmi kimya dövrü (XIX—XX əsr), müasir dövr.

Qədim dövr. Qədim dövrdəki analizin tarixi məlum deyil. İlk analitik cihaz olan tərəzi lap qədimdən bəllidir. Bu dövrdə ərintiləri, filizləri, qiymətli metalları analiz edirdilər. Roma tarixçisi Pliniy qızılın analizi metodikasını təsvir etmişdir, ondan əvvəl isə imperator Vavilon qızılı dəyərləndirmişdir. Pliniy palıd qozaları ekstraktını reaktiv kimi istifadəsi haqqında məlumat vermişdir. Ekstraktla hopdurulmuş papirusun köməyi ilə mis dəmərdən ayırırdılar (dəmir-sulfat məhlulunda papirus qaralırdı). Qədimdə xüsusi çəkiyə görə qatılığı təyin edə bilirdilər. Xüsusi çəki anlayışı hələ Arximedın dövründən məlumdur. Buna görə də məlum olan ikinci analitik cihaz elə areometrdir ki, onun haqqında qədim yunan alimlərinin əsərlərində yazılar var. Teofrastın “Daşlar haqqında” əsərində qızılın əyarına görə təyini haqqında bilgiler var ki, bu da indiyədək tətbiq edilir.

Əlkimya dövrü. Əlkimyaçılar dövründə iri həcmli eksperimental işlər yerinə yetirilib ki, bu da kimyəvi çevrilmələr texnikasının inkişafını təmin edərək maddələrin xassələri haqqında geniş konkret informasiyaların

yığılmasına səbəb olmuşdur. Maddələrin ayırd edilməsinin çoxlu üsulları tapılmışdır. Qızıl və gümüşün “əyarlanmış ərintiyə” əsaslanan təyini üsulları işlənmişdir.

Əyar daş üsulu sonra da inkişaf etdi, onun mahiyyəti o idi ki, qızıl məmulatlarının üzərində cızıqlar qoyulur. Cızığın rəngi və qalınlığı qızılın miqdarından asılıdır. Orta əsrlərdə müxtəlif miqdarda qızılı olan 21 iynədən ibarət şkaladan istifadə etməyə başladılar. Analiz üçün məhlullar tətbiq olundu. Sink, arsen, bismut kəşf edildi.

Yatrokimya dövrü. Yatrokimya dövründə maddələrin, onları məhlula keçirməklə, təyini mümkün olan yeni üsullar meydana gəldi. Məsələn, gümüşün xlorid ionu ilə reaksiyaları kəşf edildi. “Analitik kimyanın tarixi” kitabının müəllifləri F.Sabadvari və A.Robinsonun yazdıqlarına görə bu dövrdə sonralar vəsfi analizin klassik sxeminin işlənilib hazırlanmasında istifadə olunan çoxlu kimyəvi reaksiyalar kəşf edilmişdir. Monax Vasiliy Valentin “çöküntü”, “çökmə” kimi ifadələri elmə gətirmişdir.

Analitik kimya tarixində elmə “kimyəvi analiz” terminini gətirən ingilis alimi R.Boyl (XVII əsr) mühüm yer tutur. “Kimyəvi analiz” terminini ilk dəfə Boyl F.Klodiya yazdığı (1654-cü il) məktubunda işlətməmişdir. Boyl sistemativ olaraq bitkilərin (lakmus, bənövşə) ekstraktından və heyvan hüceyrələrindən məhlulların turşuluğu və əsaslığını müəyyən etmək üçün istifadə edirdi. O, müəyyənləşdirmişdir ki, qələvi məhlulunda bənövşə ekstraktı yaşıl rəngə boyanır.

Flagiston dövrü. XVIII əsrdə qazların öyrənilməsi sahəsində xeyli iş görülmüşdür. Qaz analizinin yaradıcıları Q.Kavendiş (suyun mürəkkəb maddə olduğunu göstərmişdir), C.Pristli, K.Şeele, C.Blek olmuşdur. Oksigenin, hidrogenin kəşfi onların adı ilə bağlıdır. İsveç alimi K.Şeele turşəng turşusunu alaraq kalsium üçün reaktiv kimi təklif etmişdir. XVIII yüzilliyin görkəmli analitiklərindən olan A.Marqraf kimyəvi analizdə mikroskopdan istifadə etməyə başlamış və yeni üsullar, o cümlədən gümüş ionunun xlorid ionu ilə təyini vermişdir.

XVIII əsrin dahi analitiklərindən biri də İsveç alimi T.Berqmandır. O, ilk dəfə vəsfi və miqdarı analizlərin fərqi göstərdi və ona qədər olan analizdə lehimləyici borunun tətbiqinə dair materialları ümumiləşdirdi. O zamanlar lehimləyici boru analitik tədqiqat üçün mühüm alət idi, onun köməyi ilə bir çox mineralların vəsfi tərkibi müəyyənləşmiş, bir sıra elementlər kəşf edilmişdir. Berqmanın karbon və fosforun dəmirə təsirinin müəyyən edilməsində böyük əməyi olmuşdur. Daş kömürün köməyi ilə alınmış müxtəlif dəmir nümunələrində karbonun miqdarının dəqiq təyini müasir metallurgiyaya yol açmışdır. Kimyəvi analizin Berqmana qədər iki min əvvəl məlum

olduğuna baxmayaraq, o, analitik kimyaya elmin yeni istiqaməti statusunu verərək, ilk vəsfi kimyəvi analiz sxemini yaratdı.

Elmi kimya dövrü. XVIII əsrin sonu, XIX əsrin əvvəli A.L.Lavuazyenin flagiston nəzəriyyəsinə son qoyan kəşfləri (yanmanın oksigen nəzəriyyəsi, maddə kütləsinin saxlanması qanunu, element və birləşmələr arasındakı fərq) ilə xarakterizə olunur.

Bu dövrdə analitik kimyanın fundamental bazası olan stexiometrik qanunlar meydana gəlmişdir. Belə tədqiqatların başlanğıcında alman alimi İ.V.Rixter durur. Tələbəlik illərində müəllimi olan filosof E.Kantın dediyi “təbiət elmlərində həqiqi elmilik onda olan riyaziyyat qədərdir” sözləri ona böyük təsir göstərmişdir. Rixter dissertasiyasını kimyada riyaziyyatın istifadəsinə həsr etmişdir. Rixter “stexiometriya” terminini işlətməmiş, atom kütlələrini təyin etməyə başlamışdır.

J.Prustun irəli sürülmüş kimyəvi birləşmələrin müəyyən sabit tərkibə malik olması ideyası (sonralar C.Dalton tərəfindən inkişaf etdirilmişdir) fransız kimyaçısı K.Bertole tərəfindən etirazlaşdırılmışdır. O, iki elementdən ibarət maddənin kimyəvi tərkibi istənilən sərhəddə və nisbətdə dəyişilə bilər nəzəriyyəsinə çap etdirmişdir. Kimya tarixçilərinin yazdığına görə, əgər bu nəzəriyyə düzgün olsaydı, bu həmin dövrün miqdarı analizin nəzəri bazasını məhv edərdi.

Sadə nisbətələr qanunu (C.Dalton), atom kütlələrinin şkalası –bunlar həqiqətən də miqdarı analizin əsasını təşkil etdi.

Məşhur İsveç kimyaçısı Y.Berselius Rixterin yolunu davam etdirərək oksidlərin analizinin əsasında o zaman məlum olan elementlərin simvollarını, kimyəvi formullarını vermiş, stexiometriyanın qanunları əsasında analitik hesablamalar aparmışdır. Berselius təyinatın səhvlərini dəyərləndirmiş, dəqiq çəki metodlarını işləyib hazırlamışdır. Platin metallarının təyini metodikası da ona məxsusdur. İsveç alimi yeni vəsfi analiz sxemini yaratmağa çalışırdı. Silikatların analizində Berselius flüorid turşusunu tətbiq etdi ki, bu da indiyə qədər istifadə olunur. O, həmçinin metalları ayırmaq üçün xloridlərin distillə edilməsindən istifadə etmişdir.

Kimyəvi analiz haqqında ilk təlimat hələ əlkimya dövründə meydana gəlmişdir. Müxtəlif vaxtlarda nəşr edilmiş əsərlərdə (1770 - ci ildə İenedə İ.Qetqlinqin “Tam kimyəvi əyar palatası”, 1799-cu ildə Fransada L.N.Voklenin “Tədqiqatçının təlimatı” , 1801-ci ildə V.A.Lampadiusun “Mineral maddələrin kimyəvi analizinə dair təlimat”) analitik kimya termini işlədilir.

Qravimetrik (çəki) analiz K. Frezeniusun dərslərində dəqiqliklə təsvir edilmişdir (1846-cı il, rusca tərcüməsi 1848-ci il). Metod təyin olunan maddənin çökmə, qurutma, közərtmə və tərəzidə çəkmə əməliyyatlarına əsaslanırdı. Sonralar (1883) F.Quçun filtrləyici butalar, zolsuz filtrlər, üzvi çökdürücülər təklif olunmuşdur. Artıq XX əsrdə “homogen məhluldan” çökdürmə, termoqravimetriya meydana gəlir. Mahiyyət etibarı ilə, qravimetrik analiz elə üzvi maddələrin element analizidir. Bu növ analizləri ilk dəfə A.Lavuazye yerinə yetirmişdir.

XIX əsrin birinci yarısında fransız kimyaçısı J.B.Düma (1831) azotun təyini metodunu təklif etmişdir, amma hal-hazırda İ.Keldalın (1883) metodu daha böyük əhəmiyyət kəsb edir. Çox sonralar Avstriya alimi F.Preql mikroanaliz üsulunu işləyib hazırlamış və buna görə Nobel mükafatına layiq görülmüşdür (1923).

İonların təyində kimyəvi metodlar

Maddə və materialların kimyəvi analizinin məqsədi – kimyəvi elementlər və onların birləşmələrinin aşkar edilməsi, identifikasiyası, ayrılması və təyini, eləcə də maddələrin kimyəvi tərkibini müəyyənləşdirməkdir.

Komponentlərin identifikasiyası, maddə və ya maddələr qarışığının keyfiyyət - vəsfi tərkibinin təyini vəsfi analizin predmetidir. Vəsfi analiz müxtəlif metodlarla - kimyəvi, fiziki-kimyəvi, fiziki və bioloji aparılarla bilər. Bu analizdə analitik siqnal kimyəvi reaksiyaların aparılması nəticəsində alınır. Analitik siqnal analitik əlamət adlanır.

Analiz olunan maddə analitik reagentin təsiri ilə qeyd oluna biləcək analitik əlamətlərlə alınan məhsulun əmələ gəlməsi ilə gedən kimyəvi çevrilmələr *analitik reaksiyalar* adlanır. Çöküntünün alınması, alovun rəngi, məhlulun rənginin dəyişməsi, qaz halında maddənin ayrılması əsas analitik əlamətlərdir. Təyin olunacaq komponentə təsir edən maddə analitik reagent və ya təyin ediləcək ion üçün reaktiv adlanır. Çöküntünün əmələ gəlməsi zamanı, onun çökməsindən əlavə, rəngi, forması (kristal və ya amorf) da analitik siqnal ola bilər. Analitik metodları, reaksiyaları və reagentləri spesifik (xüsusi) və seçici (selektiv) olaraq iki yerə ayırırlar.

Spesifik metod, reaksiya və reagentlər verilmiş şəraitdə yalnız bir maddəni; seçici metod, reaksiya və reagentlər isə az miqdar maddəni təyin etməyə imkan verir.

Analitik reaksiyaların mühüm xarakteristikası onun seçiciliyidir. Seçiciliyə müəyyən üsullardan istifadə etməklə, reaksiya şəraitinə uyğunlaşdırılma və düzgün seçim etməklə nail olmaq olar.

Reaksiyanın getmə şəraiti faktorlarına pH, temperatur, kənar və təyin olunan ionların qatılığı, həlledicinin təbiəti (su, üzvi və ya üzvi-sulu mühit) aiddir. pH-ı, qatılığı dəyişməklə, maskalanma ilə, elementin oksidləşmə dərəcəsinə və temperaturu dəyişməklə reaksiyalar və ya reagentləri daha seçici və ya daha spesifik etmək olar.

Seçiciliyinə görə reaktivləri 3 qrupa aid edirlər:

1. Spesifik reaktivlər – məsələn, nişasta yodun, NaOH və ya KOH NH_4^+ -ün təyində spesifik reaktivlərdir.
2. Selektiv reaktiv – məsələn, ammoniyak mühitində dimetilqliksim Fe(II), Co(II), Ni(II), Zr(IV) və Th(IV) ilə reaksiyalarında selektiv reaktivdir.
3. Qrup reaktivlər – məsələn, HCl Ag(I), Hg(I), Tl(I), Pb(II)-ni xloridlər şəklində çökdürür və onlar üçün qrup reaktividir.

Xüsusi və ya spesifik reaktivlərlə bir maddə (ion) təyin edilir. Selektiv reaktivlər az miqdar maddə və ya ionla reaksiyaya girərək onları təyin edir, qrup reaktivlər isə müəyyən qrup ionları çökdürməklə başqa maddələrdən tamamilə ayırır. İonlarla az həll olan birləşmə əmələ gətirən qrup və selektiv reaktivlərin vəsfi kimyada böyük əhəmiyyəti vardır. Onlardan kationların analitik qruplara bölünməsində istifadə olunur. Verilən qrup reaktivlər vasitəsilə çökdürülən ionlar analitik qrupu əmələ gətirir.

İonlar qarışığının analizi, təyin ediləcək ionun müəyyən edilməsi zamanı kənar ionların mane olması üzündən çətin analitik məsələdir. Belə ionlar maneçilik törədən (kənar) ionlar adlanır. Kənar maddələrin qatılığı artdıqca onun maneçilik təsiri də artır.

İonun təyini zamanı aşağıdakılar maneçilik təsirinə səbəb ola bilər:

1. Kənar ionun reaktiv təsiri ilə təyin ediləcək ionun əmələ gətirdiyi birləşməyə uyğun analitik siqnal verməklə analoji birləşmə əmələ gətirməsi,
2. Kənar ionların analitik siqnalın müşahidəsinə mane olan birləşmə əmələ gətirməsi,
3. Analitik reaksiyanın, reaktivin kənar iona sərfi nəticəsində getmə ehtimalının azalması.

Kənar təsirin aradan qaldırılması məqsədi ilə çökmə, ekstraksiya və xromatoqrafiya üsullarından istifadə olunur.

Mane olan ionların pərdələnməsi. Mane olan ionun pərdələnməsi təyinat reaksiyasının aparıldığı fazada gedən və mane olan ionun qatılığını azaldan reaksiyadan istifadə etmək deməkdir. Mane olan ionun pərdələnməsi üçün kompleksmələgəlmə, turşu-əsas və oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarından istifadə edilir.

Real obyektlər həmişə çoxkomponentli, bir çox hallarda isə çoxfazalıdır. Hər bir ionu təyin etmək üçün məxsusi reaksiya şəraiti yaradılmalı, kənar ionların maneəsi aradan qaldırılmalı, analitik siqnal qeyd olunmalıdır.

Bunun iki həlli yolu var: *sistemli* və *fərdi* analiz.

Sistemli analiz – qrup reaktivinin köməyi ilə müəyyən qrup maddələri çökdürüb, başqa maddələrdən ayırmaqla həmin maddələri analiz etməyə əsaslanır. Sistemli analiz ən optimal analiz qaydasıdır. Hər bir qrup maddələr qrup reaktivini vasitəsi ilə yoxlanılır, onların analiz olunan materialda olub-olmaması analizin aparılma vaxtını əhəmiyyətli dərəcədə azaldır.

Xüsusi və spesifik reaktivlərin köməyi ilə sistemli analizdən fərqli olan fərdi (kəsirli) analiz qaydası adlanan analiz aparılır. Bu zaman analiz olunan obyekt ayrı-ayrı qruplara bölünmür, bu və ya digər ion ümumi məhlulda təyin edilir. Bu metodun öz sadəliyi və üstünlüyündən başqa, müəyyən şəraitdə mənfi cəhətləri də var, təyin olunan materialda çoxlu sayda maddələr olduqda spesifik reaktivlər artıq öz xüsusiyyətini itirir. Buna görə də çox elementli materialın analizində qrup reaktivlərindən istifadə etməklə ionlar müəyyən qrup halında ayrılır və onlar bu qrup daxilində analiz edilir.

Kənar təsir göstərən ionlar pərdələmə üsulları ilə ayrılır, daha selektiv və spesifik reaktivlər tətbiq edilir.

Fərdi analiz imkanları üzvi reaktivlər tətbiqindən sonra genişlənilib. Bu reaktivin bir hissəsi təyin reaksiyalarının seçiciliyini artırmaq üçün sintez edilmişdir. Üzvi reaktivlərin geniş imkanları onların çoxluğu, müxtəlifliyi, yəni uyğun reaktivin tapılma imkanının çox olması, eyni zamanda onların müxtəlif xassəli - davamlı, həll olan, uçucu, rəngli, oksidləşmə-reduksiya xassələrinə və digər xüsusiyyətlərə malik kompleks əmələgətirmələri ilə bağlıdır.

Fərdi analiz qrup reaktivini ilə ayrılmış ionların təyini üçün tətbiq edilir.

Beləliklə, vəsfi kimyəvi analiz - əməliyyatları ardıcılıqla yerinə yetirməklə ionların əvvəlcə analitik qrupda, sonra ayrılıqda sistemli və ya fərdi metodlarla təyini.

Həm sistemli, həm də fərdi analiz metodlarını yerinə yetirərkən analitik ionların qatılığını məhlulda idarə etmək tarazlıqda olan reaksiyalarda tarazlığın yerdəyişməsi ilə mümkün olur. Analitik kimyada homogen və heterogen tarazlıq proseslərindən istifadə olunur. Homogen tarazlığa dissosiasiya, oksidləşmə-reduksiya, hidroliz, neytrallaşma, kopleksəmələgəlmə reaksiyaları aiddir. Bu tarazlıqların hesablanması kütlələrin təsiri qanununa, oksidləşmə-reduksiya reaksiyalarında oksidləşmə-reduksiya potensialına əsaslanır. Heterogen tarazlığa həll olma və çökmə, iki maye faza arasında ekstraksiyalı paylanma, və xromotoqrafik proseslər aiddir. Heterogen tarazlığın vəziyyətinin hesablanması fazalar arasındakı paylanma sabiti və həllolma hasilinə əsaslanır.

Analitik kimyada istifadə olunan reaksiyaların mühüm göstəricilərindən biri də həssaslıqdır. Reaksiya nə qədər həssas olarsa, analiz edilən maddənin bir o qədər az miqdarını asanlıqla təyin etmək olar.

Reaksiyanın həssaslığı bir-biri ilə əlaqədar olan iki kəmiyyətlə ifadə olunur: minimum tapıntı və minimum qatılıq. Müəyyən şəraitdə, müəyyən reaktivlə təyin edilməsi mümkün ola bilən maddənin ən az miqdarına *minimum tapıntı* deyilir. Göstərilən maddə miqdarı o qədər az olur ki, onu qram və milliqramlarla ifadə etmək çətinlik törədir. Ona görə də minimum tapıntı vahidi olaraq mikroqram qəbul edilmişdir ($1\gamma=0,00001q=0,001mq$). Əgər təyin ediləcək maddənin qatılığı bu həddən azdırsa, analitik formanın qatılığı o qədər az olacaqdır ki, analitik siqnal qeyd oluna bilməyəcək. Reaksiyanın həssaslığını təyin edərkən analiz edilən məhlulun qatılığını təyin etmək lazımdır. Bununla əlaqədar olaraq reaksiyanın həssaslığı həm də durulaşma həddi ilə əlaqədardır. Durulaşma həddi – maddənin məhlulda təyin edilən kütləsinin həlledicinin kütləsinə və ya həcminə olan nisbətinə deyilir. Əgər təyin ediləcək ionun qatılığı durulaşma həddindən az olarsa, onu təyin etmək mümkün olmur.

Fiziki metodlar vasitəsilə bərk nümunələrdə elementlər 10-15 q minimum tapıntı ilə təyin edilə bilər. Kimyəvi metodlarda üzvi birləşmələri tətbiq etməklə minimum tapıntını aşağı salmaq mümkün olur (xüsusilə, üzvi birləşmə təyin edilən ionla qarışıq - liqand komplekslər əmələ gətirdikdə).

Reaksiyanın yerinə yetirilməsi texnikası və üsulları

Hər hansı bir maddənin kimyəvi analizi üçün iki əsas üsul var: "quru" və "yaş"

"*Quru*" üsulda maddəni tədqiq etmək üçün onu və müvafiq reaktivini quru halda qarışdırıb yüksək temperaturda əridir və əmələ gələn dəyişiklik müşahidə olunur. Analizin bu üsuluna pirokimyəvi analiz deyilir.

“Yaş” üsulda tədqiq edilən maddə əvvəlcə həll edilir, alınan məhlul analiz olunur. Vəsfə kimyəvi analizdə təyinatların əksəriyyəti bu üsulla aparılır. Sınaq şüşəsində reaksiya – yəni *yarımmikrokimyəvi* metodda həcmli damcılarla ölçülür, çöküntülər sentrifuqa vasitəsilə ayrılır.

Mikrokristalloqrafik analizdə reaksiyalar saat şüşəsində aparılır. Bu zaman mikroskop altında təqribən 75 dəfə böyüdülmüş, xarakterik formalı kristalların alınması müşahidə edilir. Tədqiq olunan maye ilə reaktiv şüşə cubuqla yan-yan qarıdırırlar. Qarşılıqlı diffuziya nəticəsində çöküntü əmələ gəlir.

Damcı analizi . Süzgəc (filtr) kağızının üzərində, saat şüşəsi və ya çini lövhəcikdə aparılır. Bunun üçün bir parça süzgəc kağızının üzərinə analiz ediləcək maddədən bir damcı, yaxud bir az quru halda qoyulur, sonra bir damcı reaktiv əlavə edilir. Bu zaman süzgəc kağızında rəngli ləkə, ya da rəngli çöküntü alınır. Buna əsasən təyin ediləcək maddənin varlığı haqqında mühakimə yürüdülmür.

Ekstraksiyadan istifadə etməklə aparılan analiz. Hər hansı bir maye həlledicidə həll olmuş maddənin, həmin həlledici ilə qarışmayan digər mayədə həll edilərək ayrılmasına *ekstraksiya* deyilir. Ağzı tıxacla bağlı sınaq şüşəsinə bir neçə damcı analiz olunan məhlul, reaktiv və üzvi həlledici yerləşdirirlər. Su və üzvi həlledicinin həcm nisbəti, adətən, 1:4 götürülür. Bağlı sınaq şüşəsi 1-2 dəqiqə qarışdırılır, laylaşmadan sonra rəngin dəyişməsi və ya üzvi fazanın lyüminisensiyası müşahidə edilir.

Flotasiyadan istifadə etməklə aşkarlanma ekstraksiyada olan metodikadakı kimidir. Əgər çöküntü üzvi və su fazası sərhəddindədirsə, minimum tapıntı xeyli aşağı düşür. Belə ki, Ni²⁺-in dimetilqlioksimlə təyini zamanı minimum tapıntı müxtəlif üsullarla təyində aşağıdakı kimi olur:

Sınaq şüşəsində -1,4 mkq

Damcı üsulunda – 0,16 mkq

Su-efir sərhəddində flotasiya -0,002 mkq

Lüminisent reaksiyaları, adətən, filtr kağızında və ya saat şüşəsində, az hallarda sınaq şüşələrində aparılırlar. Işıqlanma (fluoressensiya və ya fosforessensiya) qarışıqların iştirakı, reaksiyaya girən maddələrin qatılığı, həlledicinin təbiəti və temperaturdan asılıdır, buna görə də onları apararkən əvvəlcə yoxlama təcrübə aparmaq lazımdır. Yoxlama üçün götürülən təyin ediləcək iondan başqa digər komponentləri olan məhluldan bir damcı və analiz olunan məhluldan da bir damcı filtr kağızında yanaşı yerləşdirilir. Məhluldan damcılar filtr kağızına adi qayda ilə tökülür. Nəm ləkələr havada qurudulur və ultrabənövşəyi işıq düşdükdə lyuminisensiya müşahidə edilir. Bir çox hallarda damcı reaksiyaları aşağı temperaturda aparılır. Bunun üçün pinsetlə kağızı 20-30 saniyə maye azota salır, götürdükdən sonra ultrabənövşəyi işıqda baxırlar.

Katalitik reaksiyaları, adətən, sınaq şüşəsində aparılırlar. Təyin olunacaq ion iştirak etdikdə katalizatorun reaksiya sürətini kəskin artırdığı müşahidə edilir.

İonların analitik qrupları

Müxtəlif ionların qarışığı olan məhlulu tədqiq edərkən bu ionların hər birini uyğun spesifik reaktivlə bilavasitə təyin etmək həmişə mümkün olmur. Ona görə də belə qarışıq qrup reaktivlərinin köməyi ilə qruplara ayrılır və ardıcıl analiz edilir.

Kationlar və anionlar müxtəlif təsnifatlara görə analitik qruplara ayırılır. Kationların ən geniş yayılmış təsnifatı hidrogen-sulfid və turşu-qələvi analiz metodudur. Hər iki təsnifat ionların hidrogen-sulfid və duzlarının həllolmasına əsaslanır. Hər kation qrupunun uyğun qrup reaktivləri var. Qrup reaktivləri kimi elə reaktiv seçilir ki, onun bu qrupa daxil olan ionların hamısı ilə eyni şəraitdə reaksiyaya girərək, bu kationları kifayət qədər dəqiq ayırmaq və təyin etmək xassələri olsun.

Hidrogen-sulfid təsnifatı – klassik üsuldur. Bu üsul sulfid, hidrogen-sulfid, karbonat və xloridlərin həll olmalarının müxtəlifliyinə əsaslanır. Qrup reaktivləri olaraq xlorid turşusu, hidrogen-sulfid, ammonium-sulfid, ammonium-karbonat götürülür. Hidrogen-sulfid üsulunda kationlar beş analitik qrupa bölünür. Bəzi kationların hidrogen-sulfid üsulu ilə təsnifatı aşağıdakı cədvəldə verilmişdir.

Kationların analitik qrupu

(hidrogen-sulfid metodu)

Kationlar	Qrup reaktivləri
-----------	------------------

Qruplar

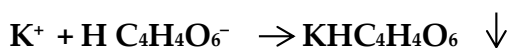
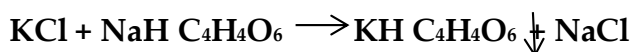
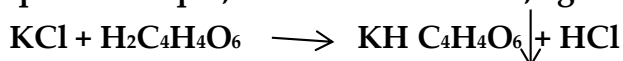
I	Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺	-
---	---	---

	(Mg ²⁺)	
II	Ba ²⁺ , Ca ²⁺ , Mg ²⁺	(NH ₄) ₂ CO ₃ (ammonyak məhlulunda)
III	Fe ²⁺ , Fe ³⁺ , Mn ²⁺ , Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Zn ²⁺	(NH ₄) ₂ S (ammonyak məhlulunda)
IV	Hg ²⁺ , Cu ²⁺ , Pb ²⁺ , Bi ³⁺ , As (III), As(V)	H ₂ S (0,3 N HCl məhlulunda)
V	Ag ⁺ , Pb ²⁺ , Hg ₂ ²⁺	HCl

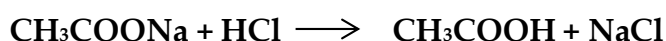
K⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. *Alovun rənglənməsi.* Kaliumun uçucu duzları rəngsiz qaz alovunu bənövşəyi rəngə boyayır.

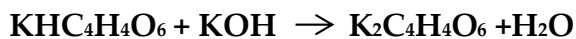
2. H₂C₄H₄O₆⁻ çaxır turşusu və ya NaH C₄H₄O₆ – natrium – tartrat məhlulda kifayət qədər olduqda, kalium-hidrotartrat, ağ kristallik çöküntü şəklində ayrılır:



Çöküntü mineral turşularda həll olur. Ona görə reaktiv kimi çaxır turşusu kimi istifadə edildikdə, reaksiya natrium-asetatın CH₃COONa iştirakı ilə aparılır.



Qələvilərin duru məhlullarında suda həllolan normal duzlar əmələ gəlir:

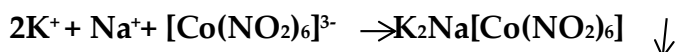
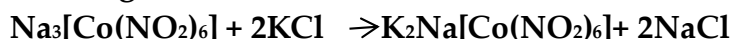


Deməli, reaksiyanı neytral və ya zəif turş mühitdə aparmaq lazımdır. Temperaturun artması ilə KHC₄H₄O₆-ın həllolması artır. Buna görə də, reaksiya soyuq mühitdə aparılmalıdır.

Bu çöküntü ifrat doymuş məhlul əmələ gətirir. Kristalların əmələ gəlməsini sürətləndirmək üçün mexaniki təsir (sürtmək, çalxalamaq) tələb olunur. Reaksiyanın həssaslığı azdır.

NH₄⁺ ionu bu təyin reaksiyasına mane olur, belə ki, reaktiv bu ionla ağ kristallik çöküntü əmələ gətirir.

3. *Natrium- heksanitrokobaltat (III)*- Na₃[Co(NO₂)₆] neytral və ya zəif turş mühitdə sarı rəngli kristallik kalium-natrium-heksanitrokobaltatı (III) çökdürür:



Ammonium duzları ilə də müvafiq çöküntü alınır, bu səbəbdən reaksiyanı bu duzları kənar etməklə, aparmaq lazımdır.

Bu K^+ ionun üçün ən xarakterik reaksiya olmaqla, çox həssasdır.

4. *Mikrokristalloskopik reaksiya* – $Na_2PbCu(NO_2)_6$ natrium, qurğuşun və misin(II) üçlü nitritləri kalium duzları ilə reaksiyaya girərək, qəhvəyi rəngli (və ya qara), kubşəkilli xarakterik kristallar əmələ gətirir:

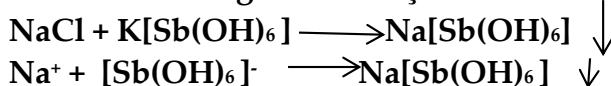


NH_4^+ ionu bu reaktivlə müvafiq kristallar əmələ gətirdiyindən təyini mane olur.

Na⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. Alovun rənglənməsi. Na^+ duzları rəngsiz qaz alovunu sarı rəngə boyayır. Reaksiya çox həssasdır. İşin gedişi K^+ ionları üçün olduğu kimidir.

2. Kalium-heksahidrosostibiət (V) - $K[Sb(OH)_6]$ natrium duzları ilə neytral və ya zəif əsası mühitdə ağ kristallik çöküntü əmələ gətirir:

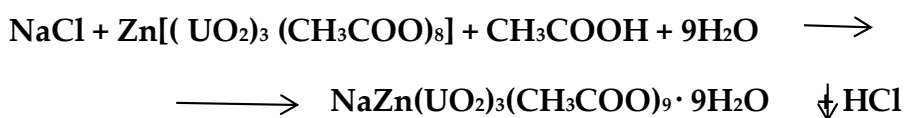


Reaksiyanı turş mühitdə aparmaq olmaz. Belə ki, reaktiv hidroliz edərək, amorf çöküntü – metastibiət turşusuna çevrilir. Təyinat qüvvətli qələvi mühitdə də mümkün deyil. Çünki bu halda çöküntü həll olur. Natrium-heksahidroksostibiətin (V) suda az da olsa, həll olmasını nəzərə alaraq, Na^+ ionunu təyini qatı məhlullarda (0,5 N-dan az olmayaraq) aparmaq lazımdır. $Na[Sb(OH)_6]$ -in həll olması temperaturun artması ilə artır. Bu səbəbdən reaksiyanı soyuqda aparırlar. Na^+ məhluluna reaktiv əlavə etdikdən sonra sınaq şüşəsinin divarlarını şüşə çubuqla sürtmək lazımdır.

3. *Mikrokristalloskopik reaksiya*. Uranil asetat $UO_2(CH_3COO)_2 \cdot Na$ duzu məhlulunda sarı kristallik çöküntü verir:

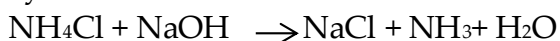


Reaktiv kimi sink-uranilasetatdan $Zn[(UO_2)_3(CH_3COO)_8]$ da istifadə etmək olar.

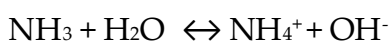


NH₄⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. Ammonium duzu məhluluna qələvi ($NaOH$ və ya KOH) əlavə etdikdə ammoniyak ayrılır.

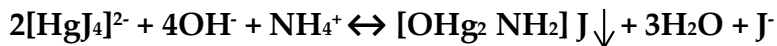
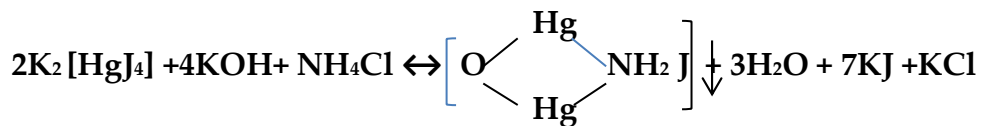


Ayrılan ammoniyakı qızımızı və ya bənövşəyi lakmus kağızı (nəm) vasitəsilə təyin etmək olar:



Əmələ gələn OH^- ionu lakmusu göy rəngə boyayır. NH_4^+ duzlarının qatılığı kifayət qədər olduqda ayrılan ammoniyakı iyinə əsasən də təyin etmək olar.

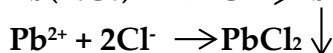
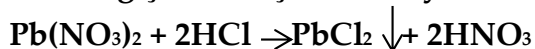
2. *Nessler reaktivi* ($K_2[HgI_4]$ və KOH qarışığı). NH_4^+ duzları ilə qırmızı-qonur rəngli çöküntü verir.



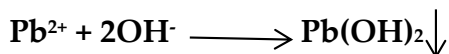
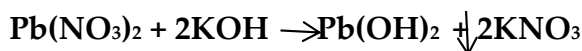
K^+ və Na^+ ionları təyinatə mane olmur. Reaksiya çox həssasdır və NH_4^+ ionu üçün səciyyəvidir. Əmələ gələn çöküntünün rənginin intensivliyi NH_4^+ ionlarının qatılığından asılıdır.

Pb²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

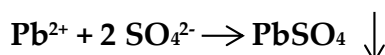
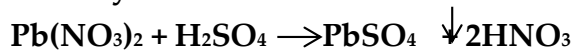
1. Xlorid turşusu və digər həllolan xloridlər orta qatılıqlı məhlullardan Pb^{2+} -ionunu $PbCl_2$ -ağ çöküntü şəklində ayırır. Bu çöküntü isti suda yaxşı həll olur.



2. Qələvilər ikivalentli Pb duzlarını məhlullarından ağ rəngli $Pb(OH)_2$ çöküntü şəklində ayırır.



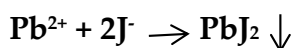
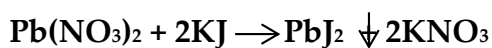
3. Sulfat turşusu və həll olan sulfatlar qurğuşunu duzlarından ağ rəngli çöküntü $PbSO_4$ ayırır:



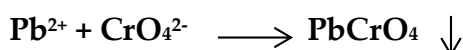
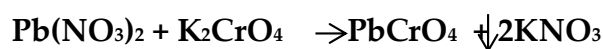
Çöküntü 10-15%-li qələvi məhlulunda qızdırıldıqda həll olur:



4. Kalium-yodid KJ – qurğuşun duzları ilə qarşılıqlı təsirdə olduqda, sarı rəngli qurşuğun 2-yodid PbJ_2 çökür.



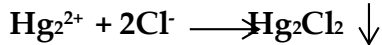
5. Kalium-xromat K_2CrO_4 və ya natrium-xromat Na_2CrO_4 ikivalentli Pb duzlarını məhluldan sarı rəngli $PbCrO_4$ şəklində ayırır:



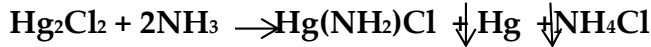
Çöküntü sirkə turşusunda həll olmur, lakin nitrat turşusunda və qələvilərdə həll olur. Reaksiya həssasdır və Pb^{2+} ionları üçün səciyyəvidir.

Hg₂²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. Xlorid turşusu və həll olan xloridlər Hg_2^{2+} ionunu civə 1-xlorid Hg_2Cl_2 (kalomel) – ağ rəngli çöküntü şəklində ayırır:

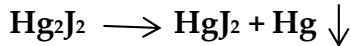


Ammonyaklı su çöküntünü qara rəngə boyayır. Belə ki, qara rəngli Hg çökür:

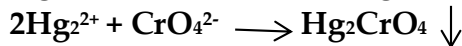
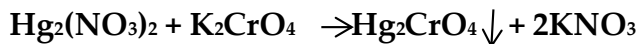


2. Kalium-yodid KJ-civə(I) duzları məhlulundan yaşıl rəngli civə 1-yodidi Hg_2J_2 çökdürür. $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 + 2\text{KJ} \rightarrow 2\text{KNO}_3 + \text{Hg}_2\text{J}_2$

Çöküntü asanlıqla civə 2-yodid və civəyə parçalanır və rəngi qaralır:

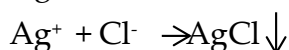
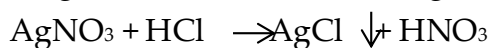


3. Kalium-xromat K_2CrO_4 ilə Hg_2^{2+} ionu qırmızı rəngli çöküntü Hg_2CrO_4 əmələ gətirir:

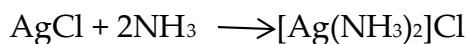


Ag⁺ kationunun təyini reaksiyaları

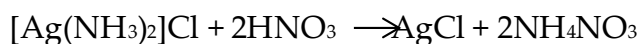
1. Xlorid turşusu və həll olan xloridlər neytral və turş məhlullardan Ag^+ ionların ağ rəngli kəsmikvari çöküntü- AgCl şəklində ayırır:



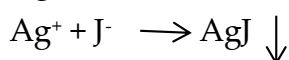
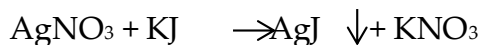
Çöküntü ammonyakın artığında həll olaraq, kompleks duz əmələ gətirir:



Bu duzun məhluluna qatı nitrat turşusu ilə təsir etdikdə parçalanır, yenidən AgCl çökür:

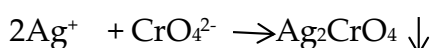
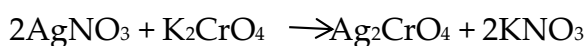


2. Kalium-yodid KJ – Ag^+ ionu ilə açıq-sarı rəngli AgJ çöküntüsü verir:



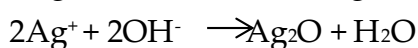
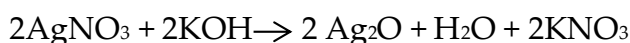
AgJ AgCl -dən fərqli olaraq NH_4OH məhlulunda həll olmur.

3. Kalium-xromat K_2CrO_4 gümüş ionlarını məhluldan qırmızı-kərpici rəngli çöküntü Ag_2CrO_4 şəklində ayırır:



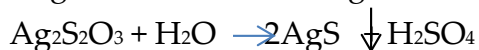
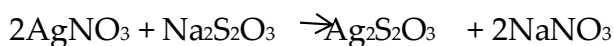
Ag_2CrO_4 NH_4OH məhlulunda və HNO_3 -də həll olur.

4. Qələvilər Ag duzları məhlullarından qəhvəyi rəngli çöküntü- gümüş oksidi- Ag_2O ayırır:



5. Natrium- tiosulfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ – Ag^+ ionlarını ağ çöküntü şəklində çökdürür, lakin bu çöküntü əvvəl saralır, sonra boz olur və nəhayət qaralır:





$\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çöküntüsü natrium- tiosulfatın artığında həll olaraq kompleks duz əmələ gətirdiyindən, çöküntü yalnız Ag^+ ionlarının artıq miqdarında əmələ gəlir.

III analitik qrup kationlarının xarakteristikası

III analitik qrupa ikivalentli metal ionları Ba^{2+} , Sr^{2+} və Ca^{2+} daxildir. Bu kationlar rəngsizdir. Onların halogenli birləşmələri, nitratları, asetatları suda yaxşı həll olur. Hidroksidləri qüvvətli elektrolitlərdir və onların həll olması $\text{Ba}(\text{OH})_2$, $\text{Sr}(\text{OH})_2$, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sırasında azalır.

BaSO_4 , SrSO_4 və CaSO_4 suda pis həll olur, bu səbəbdən də qrup reaktivləri sulfat turşusudur. Ən pis həll olan BaSO_4 , daha yaxşı həll olan CaSO_4 -dir. Sulfat turşusu bu ionlar olan məhlulə əlavə edildikdə BaSO_4 dərhal çökür, bir qədər sonra SrSO_4 və CaSO_4 isə yalnız kalsium duzlarının qatı məhlullarında çökür. CaSO_4 -ün çökməsi tam olmur.

III analitik qrup kationlarının xarakteristikası

III analitik qrupa ikivalentli metal ionları Ba^{2+} , Sr^{2+} və Ca^{2+} daxildir. Bu kationlar rəngsizdir. Onların halogenli birləşmələri, nitratları, asetatları suda yaxşı həll olur. Hidroksidləri qüvvətli elektrolitlərdir və onların həll olması $\text{Ba}(\text{OH})_2$, $\text{Sr}(\text{OH})_2$, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sırasında azalır.

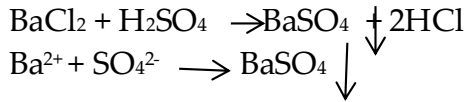
BaSO_4 , SrSO_4 və CaSO_4 suda pis həll olur, bu səbəbdən də qrup reaktivləri sulfat turşusudur. Ən pis həll olan BaSO_4 , daha yaxşı həll olan CaSO_4 -dir. Sulfat turşusu bu ionlar olan məhlulə əlavə edildikdə BaSO_4 dərhal çökür, bir qədər sonra SrSO_4 və CaSO_4 isə yalnız kalsium duzlarının qatı məhlullarında çökür. CaSO_4 -ün çökməsi tam olmur.

Ba²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. Alovun rənglənməsi.

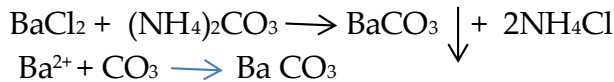
Bariumun uçucu duzları qaz lampasının alovunu sarı-yaşıl rəngə boyayır.

2. Duru sulfat turşusu və həll olan sulfatlar, ən duru məhlullardan belə barium-sulfat- BaSO_4 çöküntüsünü ayırır.



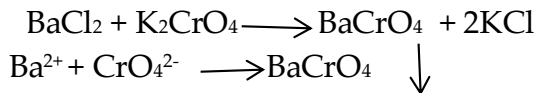
Çöküntü turşularda və qələvilərdə həll olmur.

3. Ammonium-karbonat $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ və ya digər həll olan karbonatlar barium duzları ilə ağ rəngli çöküntü – BaCO_3 verir:

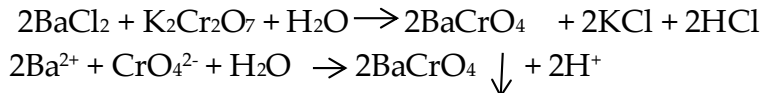


Çöküntü duru mineral turşularda və sirkə turşusunda həll olur (H_2SO_4 -dən başqa, çünki bu halda həll olmayan BaSO_4 əmələ gəlir.). Çökməni zəif əsasi mühitində - ammoniyak məhlulunda aparmaq lazımdır.

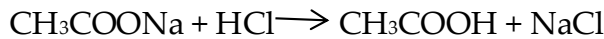
4. Kalium-xromat K_2CrO_4 və ya natrium-xromat Na_2CrO_4 neytral və ya sirkə turşusu mühitində barium ionunu sarı rəngli çöküntü- barium xromat şəklində ayırır:



5. Kalium-dixromat $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ həmçinin barium məhlullarından sarı çöküntü BaCrO_4 ayırır:

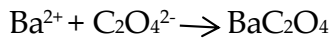
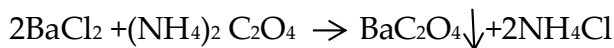


BaCrO_4 çöküntüsü qüvvətli turşularda həll olur, ona görə də reaksiya axıra qədər getmir. (HCl əmələ gəlir). Əgər məhlula natrium-asetat əlavə edilsə, xlorid turşusu zəif sirkə turşusu ilə əvəz olunur:



Bu halda reaksiya sona qədər gedir.

6. Ammonium-oksalat $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ barium duzları ilə HCl və HNO_3 -də həll olan ağ rəngli çöküntü verir. Bu çöküntü sirkə turşusunda qaynatdıqda həll olur:

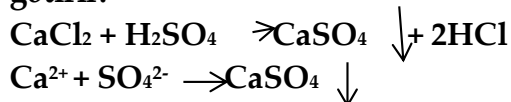


Ca²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. Alovun rənglənməsi.

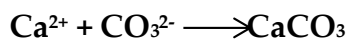
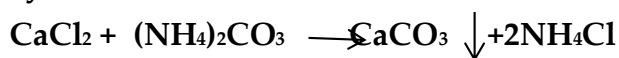
Kalsiumun uçucu duzları rəngsiz qaz alovunu kərpici –qırmızı rəngə boyayır.

2. Duru sulfat turşusu H_2SO_4 kalsium ionları ilə ağ rəngli çöküntü CaSO_4 əmələ gətirir.



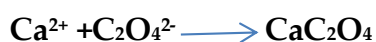
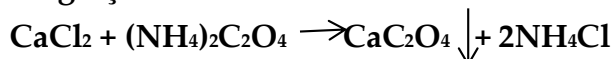
CaSO₄-ün həllolma qabiliyyəti nisbətən böyük olduğundan (2q/ l) çökmə yalnız qatı məhlullarda mümkün olur. Məhlula etil spirti əlavə etdikdə tam çökmə baş verir.

3. Ammonium-karbonat (NH₄)₂CO₃ kalsium duzlarını ağ rəngli çöküntü şəklində ayırır:



Ca²⁺ -un tam çökməsi üçün çökdürücünü artıqlaması ilə götürmək lazımdır. Çöküntü duru mineral turşularda və sirkə turşusunda həll olur. Çökdürməni ammoniyak mühitində aparmaq lazımdır.

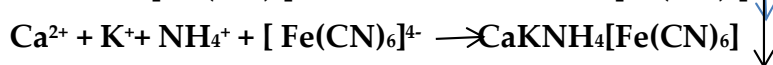
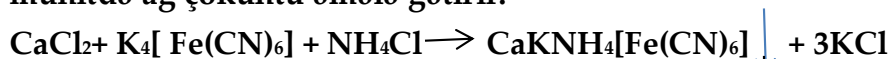
4. Ammonium-oksalat (NH₄)₂C₂O₄ soyuqda neytral mühidə kalsium duzlarını ağ rəngli çöküntü- CaC₂O₄- kalsium-oksalat şəklində ayırır.



Çöküntü sirkə turşusunda həll olmur, mineral turşularda isə asanlıqla həll olur.

Bu reaksiyanı barium duzlarının iştirakı ilə aparmaq olmaz, belə ki, barium da barium-oksalat BaC₂O₄- çöküntüsü verir.

5. Kalium-heksasianoferrat (II) (sarı qan duzu) kalsium duzları ilə zəif qələvi mühidə ağ çöküntü əmələ gətirir:



Çöküntü sirkə turşusunda həll olmur. Məhlulda Ba²⁺ ionu iştirak edərsə, Ca²⁺ təyin etmək üçün bu reaksiyadan istifadə etmək məqsədəuyğun deyil. Çünki, Ba²⁺ -də K₄[Fe(CN)₆] ilə çöküntü verir.

6. Mikrokrystaloskopik reaksiya. Duru sulfat turşusu kalsium duzları ilə iynəvari ağ rəngli CaSO₄ · 2H₂O kristalları əmələ gətirir.

IV analitik qrup kationları.

IV analitik qrupa Al³⁺, Cr³⁺, Zn²⁺, As(III) və As(V) daxildir. Arsen (III) birləşmələri, əsasən arsenirlər (AsO₂), arsen (V) –arsenatlar (AsO₄³⁻) şəklində olur.

Alüminium, sink və xrom(III)-ün sulfatları, nitrat, xlorid, bromid və yodidləri suda yaxşı həll olur. Al³⁺ və Zn²⁺ ionları rəngsizdir, Cr(III) birləşmələri isə yaşıl və ya bənövşəyi rəngli olur. IV qrup kationlarının hidrosidləri çətin həll olan elektrolitlərdir. Bundan başqa onlar, amfoter xassəlidir. Bu xassədən sistematik analizin gedişində istifadə olunur.

Qrup reaktivi artıq miqdarda götürülmüş NaOH-dır. Al(OH)₃, Cr(OH)₃ və Zn(OH)₂ natrium-hidroksidin artıq miqdarında həll olaraq, Na[Al(OH)₄], Na₂[Zn(OH)₄], Na₃[Cr(OH)₆] şəklində məhlula keçir.

IV qrup kationlarının hidrosidləri zəif əsaslar olduğundan, onların duzları məhlullarda hidrolizə uğrayır. Çox zəif turşudan əmələ gəlmiş duzları –

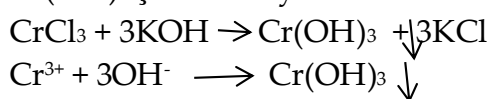
sulfidlər, karbonatlar, sianidlər isə dönməyən hidrolizə uğrayır və sulu məhlulda mövcud ola bilmir.

Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} ionları kompleksmələgətirmə qabiliyyətinə malikdir.

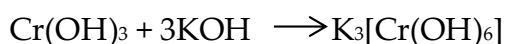
Xrom və arsen birləşmələri üçün oksidləşmə -reduksiya reaksiyaları xarakterikdir, analiz zamanı bundan istifadə edilir. Cr^{3+} kationunun səciyyəvi reaksiyalarından biri onun sarı rəngli CrO_4^{2-} ionuna qədər oksidləşməsi reaksiyasıdır.

Cr³⁺ kationunun təyini reaksiyaları

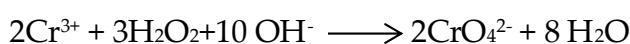
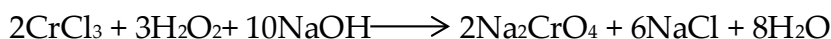
1. Qələvilər xrom (III) duzlarını məhluldan bozuntul-yaşıl rəngli amorf çöküntü $\text{Cr}(\text{OH})_3$ şəklində ayırır:



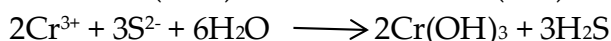
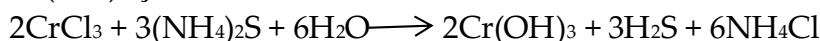
$\text{Cr}(\text{OH})_3$ amfoter xassəli olduğundan qələvilərdə həll olur.



2. Hidrogen-peroksid H_2O_2 qələvinin iştirakı ilə Cr^{3+} ionunu xromat $-\text{CrO}_4^{2-}$ ionuna qədər oksidləşdirir.

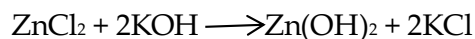


3. Ammonium-sulfid $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ xrom (III) duzu məhlulundan bozuntul-yaşıl rəngli $\text{Cr}(\text{OH})_3$ çöküntüsü verir:



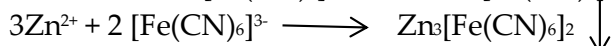
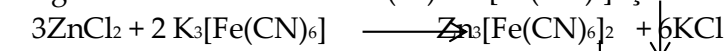
Zn²⁺ kationunun təyini reaksiyaları

1. Qələvilər sink duzlarını məhluldan ağ çöküntü – $\text{Zn}(\text{OH})_2$ şəklində ayırır:



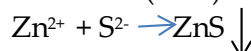
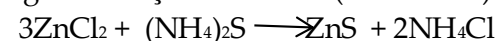
$\text{Zn}(\text{OH})_2$ amfoter xassəlidir. Duru turşularda və qələvilərdə həll olur.

2. Qırmızı qan duzu (kalium-heksasiano-ferrat (III)- $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ – Zn^{2+} duzları ilə qəhvəyi sarı rəngli sink- heksasiano-ferrat (III) $\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$ çöküntüsünü verir.

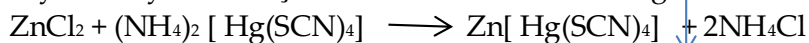


Çöküntü xlorid turşusunda və ammoniyakda həll olur.

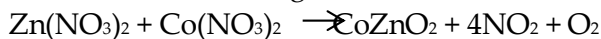
4. Ammonium-sulfid $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ və ya natrium-sulfid Na_2S neytral məhlullardan Zn^{2+} ionunu ağ rəngli amorf çöküntü- ZnS (sink-sulfid) şəklində ayırır:



5. Mikrokrystaloskopik reaksiya. Ammonium-tetRARodanomerkurat (II) $(\text{NH}_4)_2 [\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ neytral və ya zəif turş mühitdə Zn^{2+} ionları ilə rəngsiz kristallar əmələ gətirir:



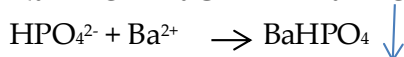
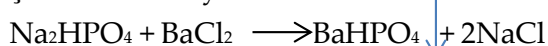
6. Quru reaksiya. Kiçik filtr kağızı sink duzu və kobalt (II) – nitrat məhlulunda isladılaraq kasada yandırılır. Bu zaman alovun rəngi yaşıl rəngə boyanır. Bu rəngə adlanan CoZnO_2 – kobalt-sinkatın – rəngidir:



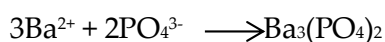
Reaksiyanın gedişinə Al^{3+} və Cr^{3+} ionları mane olur.

PO_4^{3-} -fosfat ionunun təyini reaksiyaları

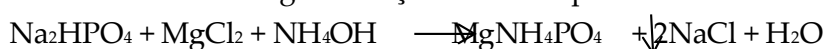
1. Barium-xlorid BaCl_2 neytral mühitdə fosfat məhlulundan barium-hidrofosfatın amorf çöküntüsünü ayırır: Təcrübədə hidrofosfat duzlarından istifadə olunur.



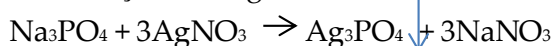
Çöküntü mineral turşularda (sulfat turşusundan başqa) və sirkə turşusunda həll olur. Reaksiyanı zəif turş mühitdə Na_3PO_4 məhlulu ilə aparsaq, $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$ çöküntüsü ayırır:



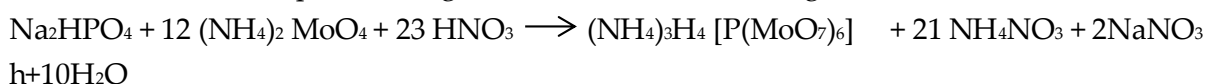
2. Maqnezial qarışıq (ammonyak, ammonium-xlorid və ammonium-xloridin suda məhlulu) duru məhlullardan ağ kristal çöküntü – maqnezium-ammonium-fosfat ayırır:



3. Gümüş-nitrat AgNO_3 fosfat ionu ilə sarı rəngli gümüş fosfat çöküntüsü verir.

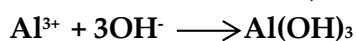
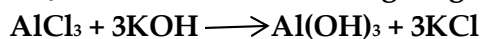


4. Ammonium-molibdat – $(\text{NH}_4)_2 \text{MoO}_4$ nitrat turşusu mühitində artıq miqdar hidrofosfat duzuna əlavə olunduqda sarı rəngli kristallik çöküntü əmələ gətirir:



Al^{3+} kationunun təyini reaksiyaları

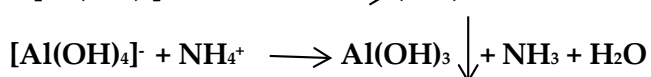
1. Qələvilər Al^{3+} duzları ilə ağ rəngli $\text{Al}(\text{OH})_3$ çöküntü əmələ gətirir:



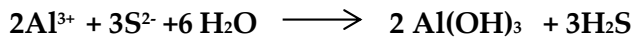
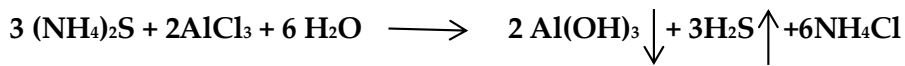
$\text{Al}(\text{OH})_3$ amfoter xassəli olduğuna görə qələvini artıqında həll olaraq, $\text{K}[\text{Al}(\text{OH})_4]$ əmələ gətirir:



2. Quru ammonium-xlorid NH_4Cl alüminium –hidroksoduzlarından $\text{Al}(\text{OH})_3$ -ü ayırır:

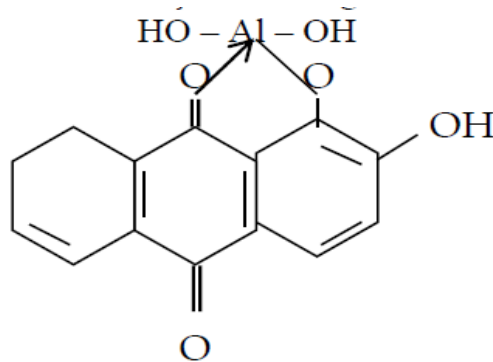


3. Ammonium-sulfid $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ Al duzları məhlullarından ağ rəngli $\text{Al}(\text{OH})_3$ çöküntüsü ayrılır:

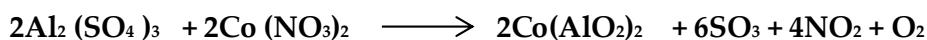


4. Alizarin 1,2-dioksiantraxinon ilə reaksiya. Alizarin 1,2-dioksiantraxinon $\text{Al}(\text{OH})_3$ ilə al-qırmızı rəngli alüminium lakı adlanan birləşmə əmələ gətirir;

Bu Al^{3+} ionu üçün həssas reaksiyalardan biridir. Cr^{3+} və Zn^{2+} ionları reaksiyanın gedişinə mane olur. Reaksiya yarım-mikrokimyəvi və ya damcı metodu ilə aparılır.



5. Duru kobalt 2-nitrat məhlulu Al duzları ilə göy rəng verən $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2$ kobalt-metaalüminat əmələ gətirir:



V analitik qrup kationları

V analitik qrup kationlarına Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} , Mg^{2+} ionları daxildir. Mn^{2+} , Bi^{3+} , Mg^{2+} ionları rəngsizdir, Fe^{2+} ionları yaşım-tul, Fe^{3+} ionları isə sarı rəngdədir.

V qrup kationlarının nitratları, sulfatları və xloridlərisuda yaxşı həll olur. Hidroksidləri çətin həll olan zəif elektrolitlərdir. Onlar qələvi artığında və ammoniyak məhlulunda həll olmur. Bu xassəsinə görə onlar, IV və VI qrupun hidroksidlərindən fərqlənir. V analitik qrupu üçün qrup reaktiv NaOH -dir. Bu kationların bütün duzları hidrolizə uğrayır. Bu xüsusiyyətdən onları təyin etmək üçün istifadə olunur.

Bi^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} ionları yüksək kompleksmələgətirmə qabiliyyətinə malikdir. Onların bu xassəindən tək-cə təyinatda deyil, həm də Fe^{3+} ionlarının maskalanmasında istifadə olunur. Məsələn, bir neçə qrup ionlarının analizində, Fe^{3+} ionları rəngsiz oksalat və ya tartrat kompleksi şəklində maskalanır (pərdələnir).

V analitik qrup elementləri dəyişkən oksidləşmə dərəcəsinə (Mg -dan başqa) malik olduğuna görə onlar üçün oksidləşmə reduksiya reaksiyaları xarakterikdir. Bu xassədən Mn^{2+} (bənövşəyi MnO_4^- ionuna qədər oksidləşir.) və Bi^{3+} (qara rəngli Bi -a qədər reduksiya olunur) ionunun təyində istifadə olunur.

Yeni çökdürülmüş sulfid və hidroksidlər amorfudur və asanlıqla kolloid hala keçir. Bundan əlavə, kolloid hissəciklər üzərində məhluldakı ionları adsorbsiya edir və nəticədə bu hissəciklər yüklənmiş olur. Bu da kolloid hissəciklərin daha böyük hissəciklər halında

birləşməsinə mane olur, çünki eyni yüklü hissəciklər bir-birini dəf edir. Beləliklə, çətin həll olan birləşmələr çökmür, yalnız kolloid məhlul əmələ gətirir.

Əgər kolloid məhlula artıqlaması ilə hər hansı bir elektrolit əlavə edilsə, kolloid hissəcik ionlar tərəfindən əhatə olunaraq neytrallaşır. Bu zaman daha iri hissəciklərin birləşməsi baş verir. Əmələ gələn iri hissəciklər asılı vəziyyətdə qala bilməyib çökür- koaqulyasiya baş verir.

Temperaturun artması koaqulyasiya prosesini sürətləndirir.

Kolloid məhlul sentrifuqa vasitəsilə ayrılma bilmədiyindən bəzi sulfid və hidroksoidlərin kolloid məhlullar əmələ gətirməsi analizi çətinləşdirir. Buna görə də çökdürməni kolloid sistemləri parçalayan şəraitdə - məhlulu qızdırmaqla və ya elektrolit əlavə etməklə aparmaq lazımdır. Belə çöküntülərin yuyulmasında elektrolit qarışdırılmış isti sudan istifadə olunur. Elektrolit kimi ammonium-xlorid və ya ammonium-nitrat götürülür.

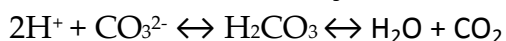
Çöküntünün əmələ gəlməsi və həll olması

Çöküntünün əmələ gəlməsi. Çətin həll olan elektrolitin ionlarının qatılıqları hasili həllolma hasilindən kiçik olarsa, bu məhlul *doymamış* məhluldur. Duz (məsələn, AgCl) məhlulunda ionların qatılıqlarının hasili həllolma hasilinə bərabər ($[Ag^+] \cdot [Cl^-] = hh_{AgCl}$) olarsa, məhlul *doymuş* məhluldur. Verilmiş temperaturda az həll olan elektrolitin ionlarının qatılıqlarının hasili onun *hh*-dən çox ($[Ag^+] \cdot [Cl^-] > hh_{AgCl}$) olarsa, bu zaman çöküntü ayrılır. Məhlul *ifrat doymuş* məhluldur. İonların qatılıqlarının hasili hh_{AgCl} -ə bərabər olduqda çöküntünün çökməsi dayanar. Qarışdırılan məhlulların həcmi və qatılığını bilərək, alınan duzun çökəcəyi və ya çökməyəcəyini hesablamaq olar.

Çöküntünün həll olması.

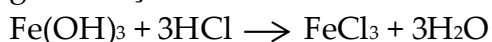
hh-ni bilmək çətin həll çöküntüləri məhlula keçirmək üçün vacibdir. Fərz edək ki, BaCO₃ çöküntüsünü məhlula keçirmək lazımdır. Bu çöküntü ilə təmasda olan məhlul BaCO₃-a görə doymuş məhluldur, yəni $[Ba^{2+}] \cdot [CO_3] = hh_{BaCO_3}$

Əgər məhlula turşu əlavə olunarsa, H⁺ ionları CO₃²⁻ ionlarını özünə bağlayaraq, davamsız karbonat turşusu molekullarını əmələ gətirir:



Bunun nəticəsi olaraq, CO₃²⁻ ionunun qatılığı azalar, ionların qatılıqları hasili hh_{BaCO_3} -dən az olar. BaCO₃ məhlulu doymamış olar, çöküntünün bir hissəsi məhlula keçər. Kifayət qədər turşu əlavə edilərsə, çöküntünün hamısını məhlula keçirmək olar. Buradan belə nəticəyə gəlmək olar ki, az həll olan elektrolitin ionlarının qatılıqları hasili *hh*-dən az olduğu halda, çöküntün həll olmağa başlayır.

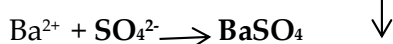
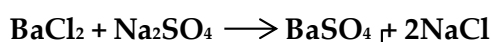
Çöküntünü həll etmək üçün məhlula elə elektrolit əlavə edirlər ki, onun ionlarından biri çətin həll olan elektrolitin ionlarından biri ilə az dissosiasiya edən birləşmə əmələ gətirsin. Çətin həll olan hidroksoidlərin turşularda həll olması bununla izah edilir.



OH⁻ ionları az dissosiasiya edən H₂O molekulu əmələ gətirməklə bağlanır.

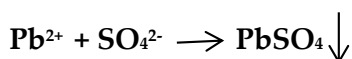
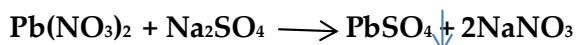
SO₄²⁻ ionunun təyini reaksiyaları

1. Barium-xlorid BaCl₂ duru sulfat məhlullarından ağ çöküntü- BaSO₄ ayırır:



BaSO₄ turşularda həll olmur. Bu xassə ilə də o, digər I qrup anionlarının barium duzlarından fərqlənir.

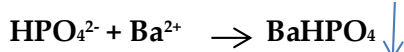
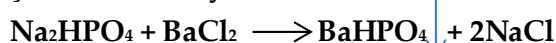
2. Qurğuşun-2-asetat (CH₃COO)₂Pb və qurğuşun 2-nitrat Pb(NO₃)₂ sulfat məhlulundan qurğuşun 2-sulfat –PbSO₄ ağ rəngli çöküntü ayırır:



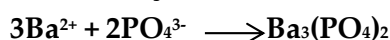
Çöküntü nitrat turşusunda həll olmur. Qələvi məhlullarında, eləcə də qatı ammonium-asetatda çətinliklə həll olur.

PO₄³⁻ fosfat ionunun təyini reaksiyaları

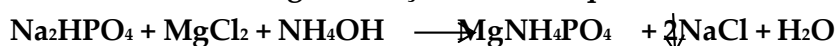
1. Barium-xlorid BaCl₂ neytral mühitdə fosfat məhlulundan barium-hidrofosfatın amorf çöküntüsünü ayırır: Təcrübədə hidrofosfat duzlarından istifadə olunur.



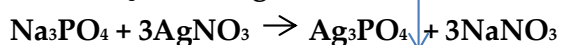
Çöküntü mineral turşularda (sulfat turşusundan başqa) və sirkə turşusunda həll olur. Reaksiyanı zəif turş mühitdə Na₃PO₄ məhlulu ilə aparsaq, Ba₃(PO₄)₂ çöküntüsü ayırır:



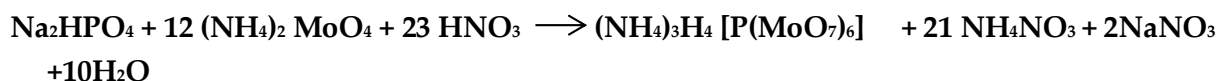
2. Maqnezial qarışıq (ammonyak, ammonium-xlorid və ammonium-xloridin suda məhlulu) duru məhlullardan ağ kristal çöküntü – maqnezium-ammonium-fosfat ayırır:



3. Gümüş-nitrat AgNO₃ fosfat ionu ilə sarı rəngli gümüş fosfat çöküntüsü verir.

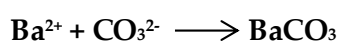
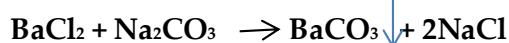


4. Ammonium-molibdat – (NH₄)₂ MoO₄ nitrat turşusu mühitində artıq miqdar hidrofosfat duzuna əlavə olunduqda sarı rəngli kristallik çöküntü əmələ gətirir:



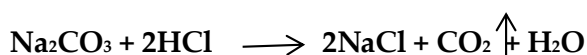
CO₃²⁻ karbonat ionunun təyini reaksiyaları

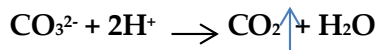
1. Barium-xlorid BaCl₂ karbonat məhlullarından soyuqda ağ çöküntü – barium-karbonat ayırır:



Çöküntü duru xlorid, nitrat və sirkə turşularında asanlıqla həll olur, qaynatdıqda kristallaşır.

2. Turşular bütün karbonatları parçalayaraq, karbon-dioksidin ayrılmasına səbəb olur:



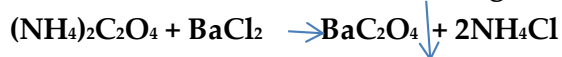


Bu reaksiya karbonatlar üçün xarakterikdir.

$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ oksalat ionunun təyini reaksiyaları

$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ionu- oksalat turşusunun ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) anionudur. Bu turşu suda yaxşı həll olan zəif elektrolitdir.

1. Barium-xlorid xromatlarla sarı rəngli barium-xromat çöküntüsü əmələ gətirir:



Çöküntü xlorid və nitrat turşularında, qızdırdıqda isə sirkə turşusunda həll olur.

2. Kalsium-xlorid CaCl_2 oksalat ionu ilə ağ rəngli kristallik kalsium-oksalat çöküntüsü əmələ gətirir:



Çöküntü mineral turşularda həll olur, sirkə turşusunda həll olmur.

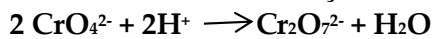
3. Kalium-permanqanat KMnO_4 turş mühitdə oksalat ionunu karbon dioksiddə qədər oksidləşdirir:

Bu zaman MnO_4^- ionu rəngsiz Mn^{2+} ionuna reduksiya olunur və məhlul rəngsizləşir:



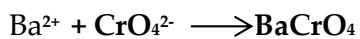
CrO_4^{2-} xromat ionunun təyini reaksiyaları

Xromat ionu xromat turşusunun (H_2CrO_4) anionudur. Turş mühitdə o, bixromat ionuna keçir:



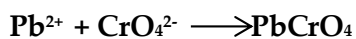
Bixromat məhluluna qələvi əlavə etdikdə tarazlıq sola doğru dəyişir.

1. Barium-xlorid BaCl_2 xromatlarla sarı rəngli barium-xromat çöküntüsü əmələ gətirir:

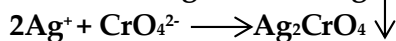
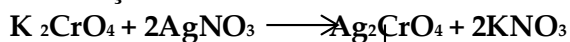


Çöküntü mineral turşularda həll olur, sirkə turşusunda həll olmur. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ionu BaCrO_4 -i CH_3COONa -un iştirakı ilə əmələ gətirir.

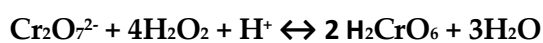
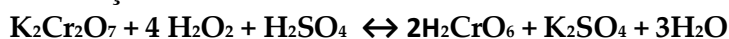
2. Qurğuşun 2-nitrat $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ xromat ionları ilə parlaq sarı rəngli çöküntü əmələ gətirir:



3. Gümüş-nitrat AgNO_3 -in xromatlarla qarşılıqlı təsirindən qırmızı-qonur rəngli gümüş - xromat çöküntüsü alınır:



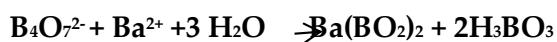
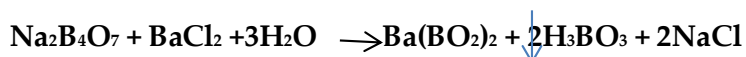
4. Hidrogen-peroksid H_2O_2 turş mühitdə bixromatları göy rəngli H_2CrO_6 turşusuna qədər oksidləşdirir:



BO_2^- və $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ borat ionlarının təyini reaksiyaları

Ortoborat turşusu- H_3BO_3 rəngsiz, kristallik maddədir, zəif elektrolitdir. Borat turşusunun duzları ortoborat turşusu deyil, metaborat – HBO_2 və ya tetraborat- $\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$ turşusuna uyğun gəlir.

1. Barium-xlorid- 1. Barium-xlorid BaCl_2 qatı boraks məhlulları ilə ağ rəngli çöküntü- barium-metaborat əmələ gətirir ki, bu da sirkə, xlorid və nitrat turşularında həll olur:



2. Qatı sulfat turşusu və etil spirti quru halda götürülən borat turşusu və ya boratlarla qarşılıqlı təsirdə olduqda trimetilborat efiri əmələ gətirir. Efir yandıqda alovun rəngi parlaq –yaşıl rəngə boyanır:

