

**Mis (II), rux (II), kadmiy (II) va simob (II) ionlarining voltamperometrik tajribaviy o'lchash usulda aniqlash**

**Jo'rayev Ilhom**, Termiz davlat universiteti Kimyo fakulteti magistranti

**To'rayev Xayit Xudoynazarovich**, k.f.d., professor, Termiz davlat universiteti

**Ashurova Muborak Sherah qizi**, Termiz davlat universiteti Kimyo fakulteti magistranti

**Toshmirzayev Toxirbek Odilovich**, Termiz davlat universiteti Kimyo fakulteti magistranti

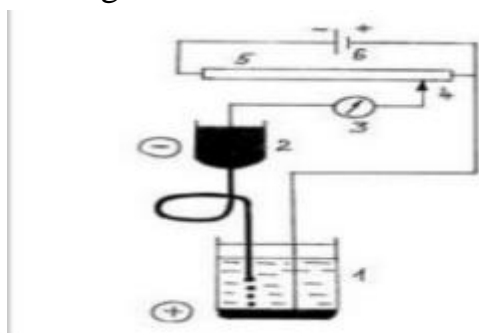
**Annotatsiya:** Turli elementlarni aniqlashning istiqbolli usullaridan biri bu qattiq indikator elektrodli bilan voltametriyadir. Biroq, qattiq elektrodlardan foydalanilganda, ularning sirtini belgilangan va takrorlanadigan xususiyatlarga ega shakllantirish muammosi paydo bo'ladi. Elektrodlarni qayta tiklashning turli usullarini qo'llash bo'yicha katta tajribaga qaramay, bu muammo muhim va dolzarb bo'lib qolmoqda.

**Kalit so'zlari:** Voltamperimetriya, polyarografiya, katod, anod, kislotali muhitda, elektrolitik yacheyka, doimiy kuchlanish manbai, kalibrlangan qarshilik, voltmetr.

Simob tushirish elektrodidan (DCE) foydalanish bilan bog'liq voltametriya polarografiya deb ataladi. Polarografik usulning xarakterli xususiyati turli sirt maydonlariga ega elektrodlardan foydalanish hisoblanadi. Mikroelektrod deb ataladigan elektrodlardan birining yuzasi boshqa elektrodning sirtidan ko'p marta kichik bo'lishi kerak. Mikroelektrod sifatida RCE ko'pincha ishlatiladi, bu kapillyar bo'lib, undan metall simob tomchilari ma'lum bir tezlikda bir tekis oqadi. Instilatsiya tezligi shlang orqali kapillyarga ulangan simobli idishning balandligi bilan belgilanadi. Sirti mikroelektrod yuzasidan bir necha marta katta bo'lgan ikkinchi elektrod mos yozuvlar elektrod vazifasini bajaradi. U sifatida simob ishlatiladi, elektrolitik hujayraning pastki qismiga yoki to'yingan kalomel elektrodga quyiladi. Ushbu elektrodlarga tashqi kuchlanish manbasidan silliq o'zgaruvchan kuchlanish qo'llaniladi. Katta sirtga ega bo'lgan mos yozuvlar elektrodidagi oqim zichligi ( $A / \text{sm}^2$ ) ahamiyatsiz, shuning uchun uning potentsiali

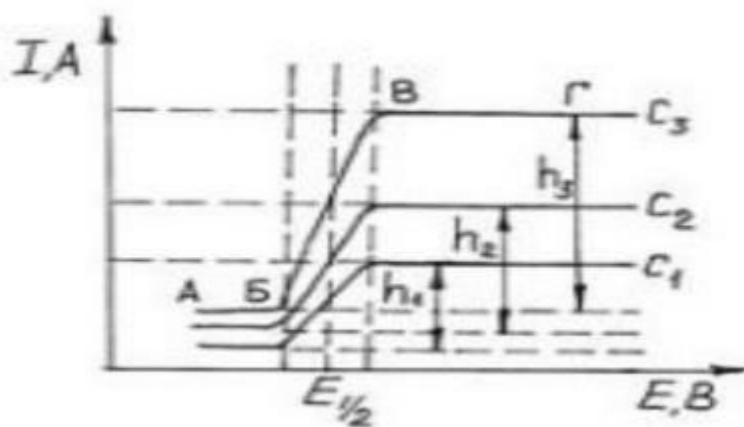
amalda o'zgarmaydi, ya'ni. bu elektrod polarizatsiyalanmagan. RCEdagi oqim zichligi uning kichik yuzasi tufayli yuqori. RKE o'zining muvozanat potentsialini o'zgartiradi, ya'ni. qutblangan. Usulni amalga oshirish polarograflar deb ataladigan qurilmalarda amalga oshiriladi. Polarografning sxematik diagrammasi shaklda ko'rsatilgan. 2.1. Batareyadan oqim reostatga beriladi, uning yordamida simob (yoki kalomel) elektrodi, RCE va tahlil qilingan eritmani o'z ichiga olgan elektrolitik hujayraga juda sezgir galvanometr orqali asta-sekin ortib borayotgan kuchlanish qo'llaniladi.

Polarografik o'rnatish sxemasi



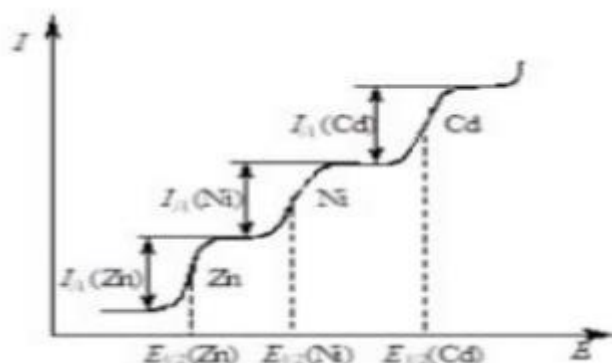
**4-rasm. Polarografik o'rnatish sxemasi:** 1 - elektrolizator; 2 - simobli idish; 3 - galvanometr; 4 - mobil aloqa; 5 - reoxord; 6 - batareya.

Hozirgi kuchlanish egri chiziqlari Hujayradan o'tadigan oqim kuchini mahkamlash orqali, qo'llaniladigan kuchlanishga qarab, polarografiyada polarogramlar deb ataladigan oqim kuchlanish egri olinadi (2.2-rasm). Polarogramlarning shakli to'lqinga o'xshaydi. To'lqinning birinchi bo'limi (AB) jarayonning boshlang'ich momentiga to'g'ri keladi, bunda faqat qoldiq (sig'imli yoki sig'imli) oqim oqadi, bu sirdagi ikki qavatli elektr qatlamini zaryad qilish uchun ma'lum miqdorda elektr energiyasini iste'mol qilish bilan bog'liq. simob tushishi va elektroaktiv aralashmalarning iz miqdorini kamaytirish.



**diagramma.**  $c_1 < c_2 < c_3$  konsentrsiyalarda aniqlanayotgan elementning polarogrammalarining tipik ko'rinishi Agar eritmada RCE (katod) da kamaytirilishi mumkin bo'lgan ionlar mavjud bo'lsa, u holda tashqi kuchlanishning ma'lum bir qiymatiga erishilganda, bu ionlarning qisqarish potentsialiga teng potentsialni ta'minlaydi, oqimning keskin ortishi kuzatiladi. polarogrammada. Poligrafning B nuqtasiga mos keladigan potentsial bo'shatish potentsiali deb ataladi. RCEda metall ionining kamayishi simobda kamaytirilgan metallning erishi bilan birga keladi, ya'ni. amalgam shakllanishi: Shu paytdan boshlab, elektrod potentsialining o'sishi, xuddi qo'llaniladigan tashqi kuchlanishning o'sishidan orqada qoladi - elektrod depolarizatsiyalanadi. Elektrokimyoviy reaksiyada ishtirok etuvchi va elektrodni depolarizatsiyaga olib keladigan moddaga depolarizator deyiladi. Elektrodagi elektrokimyoviy reaksiya tufayli yuzaga keladigan oqim Faraday oqimi deb ataladi va uning elektroliz jarayoni bilan bog'liqligini ta'kidlaydi. Elektrodga depolarizator ionlarini etkazib berish eritmaning elektrodga yaqin qatlamiga diffuziya yo'li bilan amalga oshiriladi, uning konsentrsiyasi ( $c_E$ ) chuqurlikdagi konsentrsiyadan ( $c$ ) past bo'ladi. Diffuziya tezligi va shuning uchun oqimning kuchi konsentrsiyalarning farqi (gradienti) ( $c - c_E$ ) bilan belgilanadi, shuning uchun oqim diffuziya oqimi deb ataladi. Kuchlanishning yanada oshishi SE ning pasayishiga va diffuziyaning kuchayishiga, shuning uchun ham oqimning oshishiga olib keladi (BV bo'limi). Bu SE amalda nolga tenglashguncha davom etadi. Bu elektrodga yaqinlashadigan barcha depolarizator ionlari darhol zaryadsizlanishini anglatadi. Kuchlanishning yanada oshishi oqimning oshishiga olib kelmaydi - cheklovchi diffuziya oqimiga erishiladi. Bu eritmadagi depolarizatorning konsentrsiyasiga bog'liq (chunki).  $K$  proporsionallik koeffitsientiga ko'plab omillar ta'sir qiladi. D. Ilkovich ulardan ba'zilarining ta'sirini aks ettiruvchi tenglamani oldi: bu erda  $z$  - elektrod reaksiyasida ishtirok etadigan elektronlar soni;  $D$  - depolarizatsiya qiluvchi ionlarning diffuziya koeffitsienti;  $m$  - kapillyardan bir soniyada oqib chiquvchi simob massasi (mg);  $t$  - ikki tomchi orasidagi vaqt oralig'i, s. Geyrovskiy-Ilkovich depolyarizatorning teskari tiklanishi uchun polarografik to'lqin tenglamasini oldi. . Joriy quvvat chegaraviy diffuziya oqimining yarmiga teng bo'lsa ( $I \approx 1/2 I_D$ ),  $E \approx E_{1/2}$  olinadi. Shuning uchun to'lqin balandligining yarmi har doim depolarizatorning konsentrsiyasidan qat'i nazar, bir xil kuchlanishga to'g'ri keladi. U yarim to'lqin potentsiali deb ataladi. Sifatli va miqdoriy tahlil Sifatli tahlil depolarizatorlarning yarim to'lqinlarining potentsiallari bo'yicha amalga oshiriladi. Shuni esda tutish kerakki, bu qiymatning qiymati qo'llab-quvvatlovchi elektrolit, eritmaning pH darajasi va murakkablashtiruvchi moddalar mavjudligi ta'sir qiladi. Polarografiya jarayonida

eritmada ionlarning yarim to'lqin potentsiallarini aniqlab, ularning qiymatlarini jadval ma'lumotlari bilan taqqoslab, eritmada qaysi ionlar borligini aniqlash mumkin. Qaytariladigan polarografik to'lqin tenglamasi polarogrammaning muhim sifat xarakteristikasini -  $E_{1/2}$  yarim to'lqin potentsialini topishning qulay grafik usulini ta'minlaydi. " $\lg X - [I / (I_d - I)] - E$ " koordinatalarida tuzilgan polarogramma to'g'ri chiziqqa o'xshaydi, uning abscissa o'qi bilan kesishish nuqtasi oqim  $I_d$  bo'lganda potentsialga to'g'ri keladi (1-diagramma). 2.3). Polarografik to'lqin tenglamasi bo'yicha  $E_{1/2}$  yarim to'lqin potentsialini aniqlashning grafik usuli Shakl 2.3 - Polarografik to'lqin tenglamasiga ko'ra yarim to'lqin potentsiali  $E_{1/2}$  ni aniqlashning grafik usuli. Xuddi shu grafik elektrokimyoviy reaksiyada ishtirok etayotgan elektronlar sonini  $n$  aniqlash uchun ishlatilishi mumkin. Buni kotangentni (mV) topish va uni nazariy qiymat bilan solishtirish orqali amalga oshirish mumkin. Polarografik to'lqin tenglamasidan kelib chiqadiki, nazariy qiymatlar mos ravishda:  $n = 1$  uchun 59,16 mV;  $n = 2$  uchun 29,58 mV;  $n = 3$  uchun 19,7 mV. Agar elektrokimyoviy reaksiyada ishtirok etadigan elektronlar soni ma'lum bo'lsa, u holda bu mezon elektrodda bu reaksiyaning qaytarilishini aniqlash uchun ishlatilishi mumkin. Nishabning eksperimental qiymati nazariy qiymatga to'g'ri kelsa, elektrokimyoviy reaksiya teskari tarzda davom etadi deb taxmin qilish mumkin. Miqdoriy aniqlash uchun Ilkovich tenglamasi, qoida tariqasida, ishlatilmaydi, chunki uning barcha parametrlarining raqamli qiymatlarini aniqlash juda mashaqqatli ishdir. Amalda, ko'pincha miqdoriy tahlil qilish uchun mm bilan ifodalangan polarografik to'lqin h balandligi ishlatiladi. Miqdoriy polarografik tahlilda konsentratsiyani aniqlashning barcha usullaridan foydalanish mumkin: standart, standart ketma-ketlik usuli bilan taqqoslash, qo'shish usuli.



2-diagramma. -Rux, nikel va kadmiyni o'z ichiga olgan eritmaning polarogrammasi. Agar eritmada etarlicha katta yarim to'lqin potentsial farqi (kamida 0,2 ... 0,3 V) bo'lgan bir nechta depolarizatorlar mavjud bo'lsa, masalan, kadmiy, nikel, sink, har bir elementning polarografik to'lqini birin-ketin paydo

bo'ladi. va har bir elementning to'lqin balandligi boshqa elementlarning mavjudligiga bog'liq bo'lmaydi (4-rasm). Aniqlangan depolyarizatorning konsentratsiyasi  $10^{-2}$ ... $10^{-6}$  mol/l oralig'ida bo'lishi mumkin. Polarografiyaning har xil turlari depolyarizatorlarning yanada past konsentratsiyasida ishlashga imkon beradi. RCE bilan vositani to'g'ri tanlash (qo'llab-quvvatlovchi elektrolitlar, pH, kompleks hosil qiluvchi moddalar) bilan deyarli barcha metallarning ionlarini, hatto gidroksidi tuproq va gidroksidi ham aniqlash mumkin. Voltametriyada asil metallar (Pt, Au va boshqalar) yoki grafitdan tayyorlangan qattiq mikroelektrodlar ham muvaffaqiyatli qo'llaniladi. Qattiq elektrodning asosiy afzalligi - RCE (0,3 ... -2,0 V dan) ga qaraganda ko'proq ijobiy potentsial diapazonda (1,3 V gacha) ishlash qobiliyati va ularning toksik emasligi. Biroq, statsionar qattiq elektrodlar cheklovchi oqimning sekin o'rnatilishi, past sezuvchanlik va boshqa kamchiliklar tufayli keng qo'llanilishini topmadi. Aylanadigan va tebranuvchi platina mikroelektrodlari ko'proq qo'llaniladi, ularda eritmaning doimiy aralashishi tufayli oqim chegarasi tez o'rnatiladi. Shu tufayli ionlar elektrod yuzasiga nafaqat diffuziya, balki aralashtirish orqali ham yetkaziladi. Bu diffuziya oqimi bilan solishtirganda cheklash oqimini 10 ... 20 marta oshiradi. Qattiq elektrodning katod sifatida amaliy qo'llanilishi vodorodning kamayishi bilan to'sqinlik qiladi, bu qattiq elektrodlarda RCESga qaraganda ancha past potentsiallarda sodir bo'ladi. Masalan, vodorod kislotali eritmalaridan platinada -0,1 V da, RCE da -2,0 V da ajralib chiqadi. Simob anodining tushishi ba'zi anionlarni aniqlash uchun javob beradi, masalan, Organik moddalar RCEda, qoida tariqasida, qaytarilmas, ko'pincha bosqichma-bosqich kamayadi va oksidlanadi. Shunga qaramay, ko'plab organik moddalarni - aldegidlarning galogen hosilalari, ketonlar, tiollar, nitrillar, xinonlar, nitro va azo birikmalar va boshqalarni aniqlash usullari ishlab chiqilgan. Migratsiya va konvektiv oqimlarni bostirish Polarografik tahlilni to'g'ri o'tkazishning asosiy sharti migratsiya va konvektiv oqimlarni bostirishdir. Ushbu oqimlar, diffuziyadan tashqari, depolyarizatorni RCEga etkazib berish elektr maydonining ta'siri va eritmani mexanik aralashtirish paytida konveksiya yoki zichlikdagi farqlar tufayli migratsiya yo'li bilan amalga oshirilishi mumkinligi sababli paydo bo'ladi. konsentratsiya yoki haroratning o'zgarishi natijasida yuzaga keladigan eritma ichida. Shuning uchun umumiy holatda cheklovchi oqim diffuziya, migratsiya va konveksiya oqimlaridan iborat. Ammo migratsiya va konveksiya oqimlari, diffuziya oqimlaridan farqli o'laroq, depolyarizatorning konsentratsiyasi bilan bog'liq emas. Migratsiya va konveksiya ionlarning RCEga tarqalishiga xalaqit beradi va shuning uchun polarografiyaga xalaqit beradi. Shuning uchun, oqimning konsentratsiyaga oddiy funktsional bog'liqligini olish

uchun oqimning migratsiya va konveksiya komponentlari yo'q qilinadi; buning uchun kuchli elektrolitning begona inferent (ya'ni elektrokimyoviy faol bo'lmagan) ionlarining taxminan yuz baravar ortiqqligi yo'q qilinadi. fon, yechimga qo'shiladi. Ortiqcha fon ionlari mavjud bo'lganda, elektrod ushbu ionlar tomonidan ekranlanadi va migratsiya oqimining ulushi ahamiyatsiz darajada kichik bo'ladi. Agar polarogrammani ro'yxatdan o'tkazishda eritma aralashtirilmasa va uning harorati doimiy bo'lsa, u holda mexanik va termal konvektsiya amalda yo'qoladi. Fon sifatida turli tuzlar, kislotalar, asoslar yoki bufer aralashmalari qo'llaniladi, ularning ionlari aniqlanadigan ionlarga qaraganda ko'proq manfiy ajralib chiqish potentsialiga ega. Ayniqsa tez-tez ishqoriy va ishqoriy tuproq metallari tuzlari eritmaları (KCl, KSNS, NH<sub>4</sub>Cl, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> va boshqalar) ishlatiladi. Ba'zan fon sifatida kompleks hosil qiluvchi reagentlar (NH<sub>4</sub>OH, sitratlar, tartratlar va boshqalar) qo'llaniladi, ular nafaqat migratsiya oqimini bostiradi, balki tahlil qilinayotgan ionlarning yarim to'liqinli potentsiallarini ham o'zgartiradi, bu esa E1 ga yaqin ionlarni aniqlash imkonini beradi. E2 qiymat.

#### Foydalangan adabiyotlar ro'yhati:

1. Васильев, В. П. Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач / В. П. Васильев (и др.]. — М.: Дрофа, 2006.
2. Золотов, Ю. А. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы / Ю. А. Золотов [и др.]. — М.: Высшая школа, 2002.
3. Латышенко, К. П. Микропроцессорные анализаторы жидкости / К. П. Латы- шенко, Б. С. Первухин. — М.: Изд-во МГУИЭ, 2010.
4. Латышенко, К. П. Сборник задач и вопросов по метрологии и измерительной технике / К.П. Латышенко. — М.: Изд-во МГУИЭ, 2006.
5. Латышенко, К. П. Технические измерения и приборы. Ч. II: учеб, пособие / К. П. Латышенко. — М.: Изд-во МГУИЭ, 2011.
6. Основы аналитической химии. В 2 т. : учебник для студентов учреждений высш. проф. образования. / под ред. Ю. А. Золотова. — 5-е изд., стереотип. — М.: Академия, 2012.
7. Хенце, Г. Поляррография и вольтамперометрия. Теоретические основы и аналитическая практика / Г. Хенце. — М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2008.