

ივანე ჯავახიშვილის სახელობის თბილისის სახელმწიფო უნივერსიტეტი

ზუსტ და საბუნებისმეტყველო მეცნიერებათა ფაკულტეტი

ნინო ღონლაძე

თემა: ერთვალენტიანი და სამვალენტიანი მეტალების შემცველი არაორგანული პოლიმერების - კონდენსირებული ფოსფატების მიღება და შედგენილობის კვლევისთვის ანალიზის ოპტიმალური მეთოდის დადგენა.

დიპლომი მომზადდა სსიპ ივანე ჯავახიშვილის სახელობის თბილისის სახელმწიფო უნივერსიტეტის ალექსანდრე თვალჭრელიძის სახელობის მინერალური ნედლეულის კავკასიის ინსტიტუტში

ნაშრომი შესრულებულია ქიმიის მაგისტრის აკადემიური ხარისხის მოსაპოვებლად



სამეცნიერო თემის ხელმძღვანელები :

გულნარა თოდრაძე, ქიმიის მეცნიერებათა აკადემიური დოქტორი, მთავარი მეცნიერი-თანამშრომელი, საგამოცდო ცენტრი „გეოანალიტიკა“-ს ხელმძღვანელი

მარინე ავალიანი, ქიმიის მეცნიერებათა აკადემიური დოქტორი, ივანე ჯავახიშვილის სახელობის თბილისის სახელმწიფო უნივერსიტეტის რაფიელ აგლაძის არაორგანული ქიმიისა და ელექტროქიმიის ინსტიტუტის ადგილობრივი წიადისეულისა და მინერალური ნედლეულის ქიმიური გადამუშავების ლაბორატორიის უფროსი მეცნიერი-თანამშრომელი, სამეცნიერო ჯგუფის / თემის ხელმძღვანელი

2019 წელი

თბილისი

შინაარსი

შესავალი	5
თავი I ლიტერატურული მიმოხილვა	7
1.1 თანამედროვე შეხედულება ფოსფორის, მისი ალოტროპიული სახეობების და ძირითადი ნაერთების შესახებ	7
1.2 კონდენსირებული ფოსფატები და მათი სინთეზი ფოსფორმჟავის ხსნარ-ნალღობებიდან	10
1.3 სინთეზირებულ კონდენსირებულ ნაერთთა შედგენილობაში შემავალი სამვალენტიანი მეტალების განსაზღვრის ძირითადი მეთოდები	13
1.4 კვლევის შედეგები და მათი განხილვა	15
თავი II ექსპერიმენტული ნაწილი	20
2.1 ფოსფორის განსაზღვრა ფოტომეტრული მეთოდით	20
2.2 ფოსფორის განსაზღვრის გრავიმეტრული (წონითი) მეთოდი $Mg_2P_2O_7$ -ის სახით	24
2.3 ვერცხლის განსაზღვრის ატომურ-აბსორბციული მეთოდი	26
2.4 ვერცხლის განსაზღვრის მოცულობითი მეთოდი	27
2.5 გალიუმის და სკანდიუმის გრავიმეტრული განსაზღვრა	28
2.6 გამოყენებული აპარატურა, ჭურჭელი და რეაქტივები	30
დასკვნა	32
გამოყენებული ლიტერატურა	33

ანოტაცია

სამუშაო ეხება ფუნდამენტური კვლევების სფეროს, რომელიც ემყარება მრავალკომპონენტური სისტემებში $M_2^I O - M_2^{III} O_3 - P_2 O_5 - H_2 O$, (სადაც M^I – ეს არის Ag, ხოლო M^{III} – Ga და Sc) მაღალტემპერატურულ სინთეზს ($330-340^\circ C$) ახალი კონდენსირებული ნაერთების - არაორგანული პოლიმერების მიღების მიზნით. ტექნოლოგია ემყარება პოლიფოსფორმჟავათა ხსნარ-ნალღობებიდან კონდენსაციის გზით დღემდე უცნობი ახალი კონდენსირებული ფორმების - არაორგანული ოლიგომერების, ციკლური ნაერთების და გრძელჯაჭვიანი პოლიმერული ნაერთების მიღებას.

პრობლემა, რომელსაც წყვეტს სამუშაო ეს არის ახალი, დღემდე უცნობი ორმაგი კონდენსირებული ოლიგო-, პოლი- და ციკლოფოსფატების სინთეზი, მათი აგებულების და შედგენილობის დადგენა და თვისებების კვლევა. ბოლო წლებში მთელს მსოფლიოში დიდი ყურადღება ექცევა კონდენსირებული ფოსფატების – ანუ ეგრეთწოდებული არაორგანული პოლიმერების მიზანმიმართულ სინთეზსა და კვლევას, რაც მნიშვნელოვანია როგორც ახალი ტექნიკის სხვადასხვა დარგების განვითარებისათვის, ასევე ნანოტექნოლოგიების სფეროს და ფუნდამენტური ზოგადი კვლევების არეალის გასაფართოებლად. ინტერნეტ-ნავიგაციის და ბეჭდური სამეცნიერო ლიტერატურის შესწავლამ და ანალიზმა ცხადყო, რომ დასამუშავებელი სადიპლომო თემისთვის არჩეულია კვლევების ისეთი სფერო და ის საწყისი კომპონენტები, რომლებიც დღემდე არაა სხვა მეცნიერების მიერ შესწავლილი.

პოლიკომპონენტური სისტემის შესწავლისას $M_2^I O - M_2^{III} O_3 - P_2 O_5 - H_2 O$ მიღებული კონდენსირებული ნაერთების შედგენილობის დასადგენად ჩატარებულია ამ ნაერთთა ქიმიური ანალიზი, შედარებულია ქიმიური კვლევის არსებული მეთოდები და შერჩეულია კონდენსირებულ ნაერთებში ფოსფორის, ვერცხლის, სამვალენტური მეტალების განსაზღვრის ოპტიმალური მეთოდები.

Annotation

The work deals with the field of fundamental research. It is based on high temperature synthesis (330-340 ° C) in multi-component systems $M_2^I O - M_2^{III} O_3 - P_2 O_5 - H_2 O$, (where M^I - Ag and M^{III} - Ga and In) to receive new condensed compounds - inorganic polymers. The technology is based on the creation of new condensed forms - inorganic oligomers, cyclic compounds and long chain polymeric compounds via condensation of polyporphosphoric solutions

The problem that is solved through this work is a synthesis of a new, yet unknown double-condensed oligo-, poly- and cyclophosphates, analyzing their structure and composition, and the study of properties. Over the last few years, the world has been paying great attention to the deliberate synthesis and research of condensed phosphates –so called inorganic polymers. This is of a great importance for the development of different fields of new technologies, as well as expanding the research area of nanotechnology and fundamental general research. The study and analysis of the scientific literature,online or printed, have shown that selected field of research for a master thesis and its ininitial components are not yet studied by other scientists.

To determine the composition of $M_2^I O - M_2^{III} O_3 - P_2 O_5 - H_2 O$ condensed compounds derived in the study of polycomponent system, chemical analysis of these compounds has been conducted. The chemical analysis of these compounds has been compared to the existing methods of chemical research and the optimal methods for determining phosphorus, silver and trivalent metals in condensed compounds.

ფოსფორი ჩვენს პლანეტაზე სიცოცხლის გაჩენამდე დიდი ხნით ადრე - 4.5 მილიარდი წლის წინ იყო წარმოდგენილი. ამერიკელი ასტროფიზიკოსების და გეოლოგების აზრით, დედამიწა იმ უხსოვარ დროში წარმოადგენდა ლავის ოკეანეს, რომელიც, Arizona-ს უნივერსიტეტის მკვლევართა აზრით, მილიონობით წლების განმავლობაში რკინის შემცველმა და ფოსფორით მდიდარმა მეტეორების წვიმამ გაამდიდრა.

ფოსფორი, საკვები ჯაჭვების მეშვეობით, არის შეუცვლელი მაკავშირებელი ცოცხალ ორგანიზმებს შორის. ის ფაქტიურად მთელი ბიომრავალფეროვნების სიცოცხლის დამზღვევის როლშია. მრავალი უცხოელი ექსპერტის აზრით, შესაძლოა, რომ ძალიან მალე ის უფრო ძვირადღირებული გახდეს, ვიდრე ოქრო, ვერცხლი ან ურანი. ფოსფორი თამაშობს მნიშვნელოვან როლს ცოცხალი არსებების ბიოლოგიურ ყოფნა-არყოფნაში. იგი ქმნის დნმ-ისა და რნმ-ის "ხერხემალს", რომელიც დაკავშირებულია გრძელ ჯაჭვიან მოლეკულურ და გენეტიკურ ბაზებთან, ასევე მნიშვნელოვანია მეტაბოლიზმისთვის, შეიძლება ითქვას, რომ ფოსფორი - ეს არის ცხოვრების არქიტექტურის ნაწილი: ფოსფორი შედის უჯრედის კედლების ფოსფოლიპიდურ კომპონენტებში, შედის ძვლებისა და კბილების შემადგენლობაში.

სწორედ ფოსფორ-შემცველი ნაერთების გადამუშავებას და ახალი ნაერთების სინთეზს ეძღვნება წინამდებარე სამუშაო, უფრო კონკრეტულად - არაორგანული პოლიმერების კლასის წარმომადგენლების - ერთვალენტური და სამვალენტური მეტალების შემცველი ორმაგი კონდენსირებული ფოსფატების მიღებას, მათი შედგენილობის დადგენას ანალიზის ოპტიმალური მეთოდების შემუშავებით.

თანამედროვე მსოფლიოს სამეცნიერო წრეებში დიდი ყურადღება ეთმობა არაორგანული პოლიმერების მიზანმიმართულ სინთეზს, აგებულების დადგენას და თვისებების შესწავლას [1-4]. პოლიფოსფატებში ფოსფორის მაღალი შემცველობის და მათი თერმომედეგობის გათვალისწინებით ისინი გამოიყენება, როგორც საბაზისო შემადგენელი კომპონენტი ფოსფორული მინების წამოებისას. ლუმინესცენციის ჩაქრობის დაბალი კონცენტრაციული მაჩვენებელი და მაღალი კვანტური გამოსავალი განსაზღვრავს მაღალკონდენსირებული ულტრაფოსფატების, ასევე Nd -ისა და ტუტე მეტალების ორმაგი პოლიფოსფატების გამოყენებას კვანტურ ელექტრონიკაში, კერძოდ, მინიატურული ლაზერული დანადგარების დასამზადებლად [7-12], რაც უდავოდ გამართლებულია ეკოლოგიური თვალსაზრისითაც.

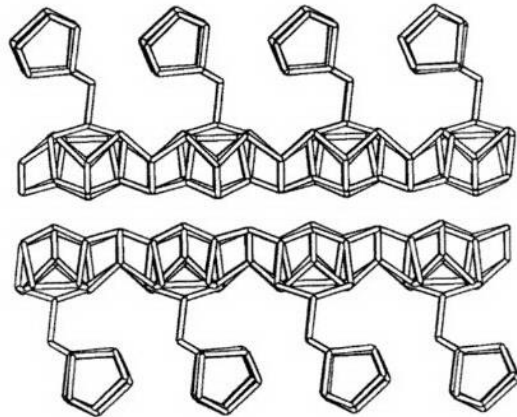
კონდენსირებული ფოსფატების ქიმიის სწრაფი განვითარება ბოლო ათწლეულებში განპირობებულია არაორგანული პოლიმერებისადმი, როგორც ნაერთთა ახალი კლასისადმი დიდი ინტერესით და კვლევის ახალი, პროგრესული მეთოდების დანერგვით, აგრეთვე კრისტალოქიმიის დარგში უახლესი მიღწევებით. უკანასკნელ ხანებში ახალი, დღემდე უცნობი ერთ- და სამვალენტიანი მეტალების კონდენსირებული ნაერთების მიღების ექსპერიმენტები ტარდებოდა ი. ჯავახიშვილის სახელმწიფო უნივერსიტეტის რ. აგლაძის სახელობის არაორგანული ქიმიისა და ელექტროქიმიის ინსტიტუტში. მ. ავალიანის ხელმძღვანელობით ჩამოყალიბებული სამეცნიერო ჯგუფის კვლევის საგანს სწორედ კონდენსირებული ფოსფატების სინთეზის პირობების დეტალური შესწავლა წარმოადგენდა. კვლევებმა შედეგი გამოიღო და საერთაშორისო დონის მეცნიერთა ყურადღებაც მიიპყრო : პირველად მსოფლიოში მოხდა ფრიად საინტერესო და უნიკალური თვისებების მქონე სხვადასხვა არაორგანული პოლიმერის - მაგალითად, ინდიუმის, ალუმინის და ტუტე მეტალის ზოგიერთი ორმაგი ფოსფატების სინთეზი და კვლევა [7-15]. ფოსფატები გამოიყენება აგრეთვე მედიკამენტების სახით და კბილების მაცემენტებელ მასალებად მედიცინაში [16-21].

თავი I

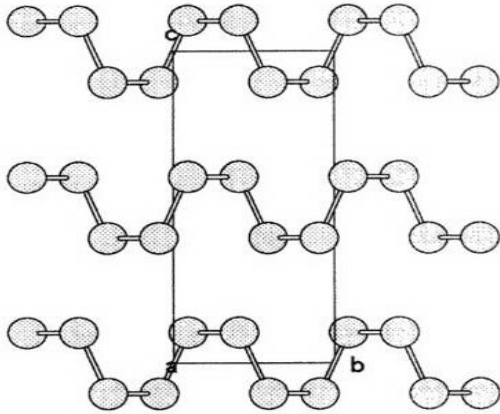
ლიტერატურის მიმოხილვა

1.1 თანამედროვე შეხედულება ფოსფორის, მისი ალოტროპიული სახეობების და ძირითადი ნაერთების შესახებ

ბუნებაში ფოსფორი არ არსებობს თავისუფალ მდგომარეობაში, ის მხოლოდ შედის სხვადასხვა კომბინაციის სახით მცენარეთა ან ცხოველური წარმოშობის მრავალ ნაერთში. ის ასევე გვხვდება ფოსფატების სახით, როგორცაა აპატიტის (კალციუმის ფოსფატის ფორმა) მთიანი ქანების ფორმირებებში, რომელთა დიდი საბადოები გვხვდება ამერიკის შეერთებულ შტატებში (Tennessee and Florida), ზოგიერთ ჩრდილოეთ აფრიკაში და წყნარი ოკეანის კუნძულებზე. ფოსფორის ალოტროპიული სახეობებია წითელი, შავი, იისფერი და თეთრი ფოსფორი. წითელი და შავი ფოსფორის აგებულება მოცემულია ნახაზებზე 1-2 [1,2]



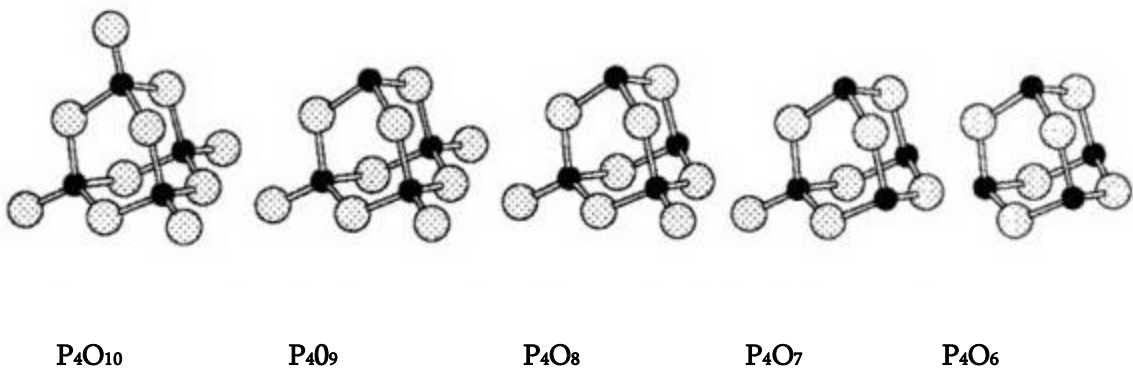
ნახაზი 1. P-P ბმები წითელი ფოსფორში.



ნახაზი 2. შავი ფოსფორის ორთორომბული ფორმა.

არსებობს ასევე იისფერი ფოსფორიც. ფოსფორის ყველა ზემოთ მოტანილი ფორმა მყარია, გაზობრივ მდგომარეობაში ფოსფორი არსებობს დიფოსფორის სახით ან ატომურ მდგომარეობაში.

ფოსფორის ნაერთები და მათი აგებულება. ფოსფორის ხუთი ოქსიდის ფორმულა და აგებულება მოცემულია მე-3 ნახაზზე



ნახაზი 3. ფოსფორის ოქსიდების აგებულება.

ფოსფორის (III) ოქსიდი, P_4O_6 (ტეტრაფოსფორ ჰექსოქსიდი) და ფოსფორის (V) ოქსიდი, P_4O_{10} (ტეტრაფოსფორ დეკოქსიდი) წარმოადგენენ ფოსფორის ოქსიმჟავების ანჰიდრიდებს.

ისინი ადვილად შედიან რეაქციაში წყალთან. P_4O_{10} წარმოადგენს კარგ წყალწამრთმევე აგენტს, მას შეუძლია წყალი წაართვას აზოტმჟავას - HNO_3 . აღსანიშნავია, რომ P_4O_{10} აღნაგობა მსგავსია P_4O_6 -ის აღნაგობისა, განსხვავება მხოლოდ იმაშია, რომ ფოსფორის ყოველი ატომი დამატებით უშუალოდ ორმაგი ბმით უკავშირდება ჟანგბადის ატომს. ფოსფორის ოქსიმჟავები შეიცავენ მჟავურ პროტონებს, რომლებიც უკავშირდებიან ჟანგბადს და არამჟავურ წყალბადის ატომებს, რომლებიც პირდაპირ უკავშირდებიან ფოსფორის ატომს. ფოსფორი წარმოქმნის სხვადასხვა ოქსიმჟავებს, რომელთაგან უმნიშვნელოვანესია სამი: ჰიპოფოსფოროვანი მჟავა, ფოსფოროვანი მჟავა და ორთო-ფოსფორმჟავა (იხ. ქვემოთ მოტანილი ცხრილი1).

ცხრილი 1.

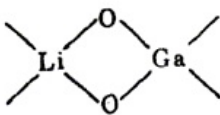
დაჟანგულობის ხარისხი	ფორმულა	დასახელება	მჟავური პროტონი	ნაერთები
+1	H_3PO_2	ჰიპოფოსფოროვანი მჟავა	1	მჟავა და საშუალო მარილები
+3	H_3PO_3	ფოსფოროვანი მჟავა	2	მარილები
+5	$(HPO_3)_n$	მეტაფოსფორ მჟავა	n	მარილები (n=3,4) საშუალო და მჟავა
+5	$H_5P_3O_{10}$	ტრიფოსფორ მჟავა	3	მარილები (ტრიფოსფატები) საშუალო და მჟავა,
+5	$H_4P_2O_7$	ჰიპოფოსფორ მჟავა	4	მარილები (დიფოსფატები)
+5	H_3PO_4	ფოსფორ მჟავა	3	მჟავა და საშუალო მარილები

1.2 კონდენსირებული ფოსფატები და მათი სინთეზი ფოსფორმჟავის ხსნარ-ნალღობებიდან

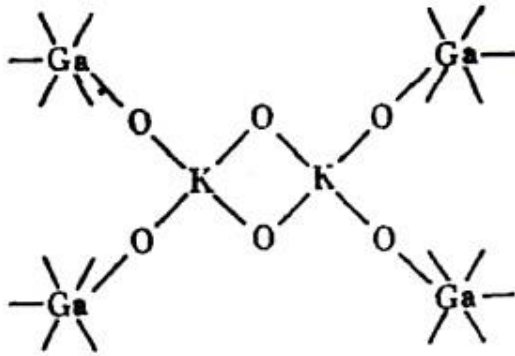
ფოსფორს და მის ნაერთებს გააჩნიათ პოლიმერიზაციის / კონდენსაციის უნარი, ზოგიერთი მკვლევარი ბევრ ანალოგიას ხედავს ფოსფორს, ნახშირბადას და სილიციუმს შორის, მათი ნაერთების მკვეთრად გამოხატული კონდენსაციის / პოლიმერიზაციის უნარის გამო [1-5].

კონდენსირებული ფოსფატების შესახებ ინფორმაციის პირველწყაროდ მიჩნეულია ბერცელიუსი [1], მას შემდეგ დროის გარკვეულწილად დიდი პერიოდი გავიდა, სანამ ნაერთთა ამ კლასის მიმართ გააქტიურდა ინტერესი. ეს ინტერესი მე-20 საუკუნის 90-იანი წლებისთვის უფრო თვალსაჩინო გახდა. 21-ე საუკუნის ბოლო ათწლეულში კონდენსირებულმა ნაერთებმა, როგორც არაორგანულმა პოლიმერებმა, მრავალი ქვეყნის მეცნიერთა კიდევ უფრო მეტი ყურადღება მიიპყრო, რასაც მოწმობს სხვადასხვა სამეცნიერო პუბლიკაციები. აქვე უნდა აღინიშნოს, რომ შედარებით ნაკლებად არის შესწავლილი მრავალვალენტიანი მეტალების კონდენსირებული ფოსფატები, უფრო მწირია მათი სინთეზის და კვლევის შესახებ დასაბუთებული მონაცემები, თუმცა საკმაოდ ფართოდაა გაშუქებული ზოგადად ფოსფატების გამოყენების სფეროები [2-7,12-15,21].

როგორც ზემოთ აღინიშნა, უკანასკნელი ათწლეულის მანძილზე ახალი, დღემდე უცნობი ერთ- და მრავალვალენტიანი მეტალების კონდენსირებული ნაერთების მიღების ექსპერიმენტები ტარდებოდა ი. ჯავახიშვილის სახელმწიფო უნივერსიტეტის რ. აგლამის სახელობის არაორგანული ქიმიისა და ელექტროქიმიის ინსტიტუტში. ამ ნაერთებს შორის აღსანიშნავია ფრიად საინტერესო და უნიკალური თვისებების მქონე ლითიუმ-გალიუმის გრძელჯაჭვიანი პოლიფოსფატის და კალიუმ-გალიუმის ციკლოოქტაფოსფატის სინთეზი და კვლევა; შესწავლილია მათი შესაბამისი სტრუქტურები (იხ. ნახაზები 4-5) .



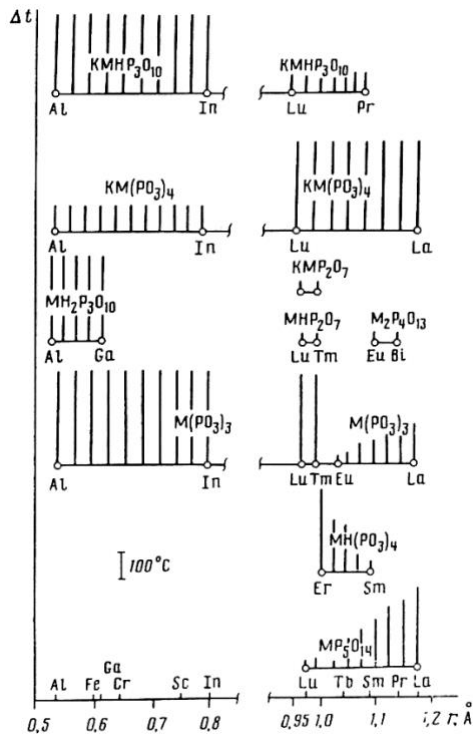
ნახაზი 4. ლითიუმ-გალიუმის გრძელჯაჭვიანი პოლიფოსფატის სტრუქტურის ელემენტარული რგოლის ფრაგმენტი.



ნახაზი 5. კალიუმ-გალიუმის ორმაგი ციკლოოქტაფოსფატის სტრუქტურის ელემენტარული რგოლის ფრაგმენტი.

ინტერესი ამ ტიპის ციკლური თუ გრძელჯაჭვიანი ნაერთების მიმართ განპირობებულია მათი გამოყენების ფართო შესაძლებლობებით. კვლევებით დადგენილი იქნა აგრეთვე, რომ ციკლურ ორმაგ კონდენსირებულ ნაერთებს გააჩნიათ სტრუქტურულად საკმაოდ დიდი, 5,2 Å დიამეტრის ღრუები, რომლებიც მათი ადსორბენტად გამოყენების კარგ შესაძლებლობას იძლევა დაბალმოლეკულური გაზების დასაყოფად [9-12, 15,18,24]. მსგავსი არაორგანული ორმაგი ციკლური ნაერთი საერთოდ არ ყოფილა ადრე სინთეზირებული.

სხვადასხვა მკვლევარების მიერ მიღებული სამვალენტური და ერთვალენტური მეტალების ორმაგი კონდენსირებული ფოსფატების აგებულების დამოკიდებულება იონურ რადიუსზე მოტანილია სქემატურ ნახაზზე (იხ. ნახ. 6). [1,2,11,25,26,27]. მეცნიერთა მიერ გაკეთებულია დასკვნა, რომ რაც მეტია იონური რადიუსი და სინთეზის ტემპერატურა, მით მეტია დიდი ციკლების ან გრძელჯაჭვიანი პოლიმერული ნაერთების წარმოქმნის ალბათობა.



ნახაზი 6. ორმაგი კონდენსირებული ფოსფატების აგებულების დამოკიდებულება ნაერთის შედგენილობაში შემავალი მეტალის იონურ რადიუსზე.

საინტერესოა, თუ რატომ არის ესოდენ პერსპექტიული კონდენსირებული ფოსფატები, ანუ არაორგანული პოლიმერები და რით არის გამოწვეული ინტერესი მათი სინთეზის მიმართ? უპირველესად, როგორც ზემოთ იყო აღნიშნული, ეს გამოიხატება მათი გამოყენების ფართო შესაძლებლობებით ფოტო- და კატოდ-ლუმინესცენტურ მასალებად, მაღალ-ეფექტურ, ეკოლოგიურად სუფთა კატალიზატორებად, მაცემენტებელ, შემკვრელ აგენტებად. პოლიფოსფატებში ფოსფორის მაღალი შემცველობის და მათი თერმომდეგობის გათვალისწინებით ისინი გამოიყენება, როგორც საბაზო კომპონენტები ფოსფორული მინების წარმოებისას. მაღალი კვანტური გამოსავალი განსაზღვრავს ულტრაფოსფატების და ორმაგი პოლიფოსფატების გამოყენებას კვანტურ ელექტრონიკაში, რაც სავსებით გამართლებულია ეკოლოგიური თვალსაზრისითაც. უნიკალური არაორგანული პოლიმერები – კონდენსირებული ფოსფატები გამოიყენება კვების მრეწველობაში, გამრეცხი საშუალებების წარმოებისას. მრავალი კონდენსირებული ფოსფატი უნიკალური და საინტერესო თვისებებით გამოირჩევა, სწორედ იმის გამო, რომ ისინი არაორგანული პოლიმერების კლასია, რომელთაც

განსაკუთრებულად მდიდარი და რთული ქიმიური ბუნება გააჩნიათ და საინტერესო თვისებების მრავალფეროვანი ერთობლიობა ახასიათებთ, რაც განაპირობებს მათი გამოყენების კიდევ უფრო დიდ პერსპექტივებს სამომავლოდ.

სინთეზირებული სამვალენტიანი მეტალის ზოგიერთი ორმაგი კონდენსირებული ნაერთის გამოცდისას კატალიზურ აქტიურობაზე დადგინდა, რომ ისინი აქტიურობით აღემატება ცეოლიტურ კატალიზატორს, ზოგიერთი - საუკეთესო კატალიზატორია ოლეფინური ნახშირწყალბადების მიღებისას.

კონდენსირებული ფოსფატები მეტად საინტერესო არაორგანული პოლიმერების კლასია, რომელთაც უნიკალური და რთული ქიმიური ბუნება გააჩნიათ, ამასთანავე, ისეთი თვისებების სპექტრი ახასიათებთ, რომელთა ანგარიშისგაწევით მათი გამოყენების ფართო პერსპექტივები უდავოა. ამას ამტკიცებს მსოფლიოს მეცნიერთა დიდი ინტერესი ასეთი ნაერთების სინთეზის და მათი გამოყენებადობის გზების ძიების მიმართ.

1.3 სინთეზირებულ კონდენსირებულ ნაერთთა შედგენილობაში შემავალი სამვალენტიანი მეტალების განსაზღვრის ძირითადი მეთოდები

სამეცნიერო ლიტერატურაში მონაცემები კონდენსირებულ ნაერთთა შედგენილობაში შემავალი სამვალენტიანი მეტალების განსაზღვრის ძირითადი ხერხების შესახებ არც თუ მრავალფეროვანია. შეიძლება აღინიშნოს ლ. კომისაროვას მონოგრაფია, მ.-ტ. ავერბუხ-პუშოს და დიურიფის შრომები, რომლებშიც მხოლოდ ზოგადი, მწირი ინფორმაციაა მოტანილი [1,2,18,19]. დეტალურადაა აგრეთვე განხილული ავტორების [27,28] ვრცელი შრომები, რომელშიც აღწერილია კონკრეტულად კონდენსირებულ ფოსფატებში გალიუმის, ინდიუმის და სკანდიუმის გრავიმეტრული განსაზღვრის მეთოდიკა.

მე-2 ცხრილში მოტანილია სკანდიუმის განსაზღვრის გრავიმეტრული მეთოდების ნეგატიური მხარეები [23,28]

ცხრილი 2. სკანდიუმის განსაზღვრის გრავიმეტრული მეთოდები

მეთოდი	ნეგატიური მხარეები
ჰიდროქსიდის სახით დალექვა	ნალექი ოქსიდამდე (Sc_2O_3) უნდა იყოს გამომწვარი
თიოსულფატის გამოყენება	ძნელია სკანდიუმის გამოყოფა, რჩება გოგირდი
სილიკატურ-ფტორიდულ-წყალბადური	ძნელია სკანდიუმის გამოყოფა, რჩება SiF_6^{2-}
ტარტრატული ფუმე-მეთოდი	ნალექი ოქსიდამდე Sc_2O_3 უნდა იყოს გამომწვარი, ამასთანავე მაღალი წონითი ფაქტორი ახასიათებს
ოქსალატების დალექვა	არარაოდენობრივი მეთოდია
დალექვა პირიდინის ბუფერით	ნალექი ოქსიდამდე (Sc_2O_3) უნდა იყოს გამომწვარი

ლიტერატურული მონაცემების სკურპულიოზური გაანალიზების შედეგად დავასკვნით, რომ ყველაზე კარგი იქნებოდა სამვალენტიანი მეტალების განსაზღვრა გრავიმეტრული - ოქსიქინოლინის მეთოდით [23,28,29]. ნალექის შედგენილობაზე და ანალიზის სიზუსტეზე სხვადასხვა ფაქტორი ახდენს გავლენას, ეს ფაქტორებია: ბუფერის ოდენობა, აღებული წონაკის მასა, დამლექავის pH, pH დალექვამდე და ხსნარის pH გამოლექვის შემდეგ, ნალექის დაყოვნების დრო და სხვა.

მეთოდები

საწყისი მასალა-საწყისი კომპონენტები: H_3PO_4 , (85%), $AgNO_3$, M_2O_3 . სინთეზის ტემპერატურული ინტერვალი 330-340 °C.

სინთეზირებული არაორგანული პოლიმერების, ანუ მიღებული კონდენსირებული ფოსფატების შედგენილობის დასადგენად გამოყენებული იქნა გრავიმეტრული, მოცულობითი, ატომურ-აბსორბციული და ფოტომეტრული ანალიზის მეთოდები.

არსებული სამეცნიერო ლიტერატურის ანალიზის საფუძველზე ჩვენს მიერ შეჩეული იქნა სამვალენტური მეტალების განსაზღვრისთვის გრავიმეტრული - ოქსიქინოლინის მეთოდი. აღნიშნული მეთოდი შერჩეული იქნა შემდეგი არგუმენტების მიხედვით:

1. შედარებით მცირე წონაკის გამოყენების შესაძლებლობა,
2. ანალიზის ძალიან დიდ სიზუსტე და საუკეთესო განმეორებადობა,
3. განსაზღვრის შედარებით მარტივი მეთოდი.

კონდენსირებულ ნიმუშებში Ga და Sc-ის გრავიმეტრული განსაზღვრის პარალელურად, ეს მეტალები ასევე განისაზღვრება კომპლექსომეტრიით, სპექტროფოტომეტრიით და რენტგენო-სპექტრალური ანალიზით (ამ შემთხვევაში, კვლევა შესრულდა JEOL JSM-6510LV X-MaxN20 რენტგენის ანალიზატორით). ლიტერატურის მონაცემებზე დაყრდნობით [26-39] შეიძლება ითქვას, რომ აღნიშნული სამვალენტური მეტალების გრავიმეტრული განსაზღვრა ორთო-ოქსიქინოლინის გამოყენებით სრულიად გამართლებულია და ოპტიმალურია. დასკვნა მართებულია მიღებული შედეგებიდან გამომდინარე და ყველა ზემოთაღნიშნული მეთოდის ურთიერთ-შედარების საფუძველზე.

1.4 კვლევის შედეგები და მათი განხილვა

ი. ჯავახიშვილის სახელმწიფო უნივერსიტეტის რ. აგლაძის სახელობის არაორგანული ქიმიისა და ელექტროქიმიის ინსტიტუტში. მ. ავალიანის ხელმძღვანელობით ორმაგი კონდენსირებული ნაერთების სინთეზის მიზნით ჩატარებულია სკანდიუმის შემცველი მრავალკომპონენტური სისტემების $M_2^I O - M_2^{III} O_3 - P_2 O_5 - H_2 O$ კვლევა ტემპერატურულ ინტერვალში 330-340°C, სადაც $M^I - Ag$, ხოლო $M^{III} - Ga$ და Sc. ვინაიდან ტემპერატურული ინტერვალი საკმაოდ მაღალია და როგორც ცნობილია, ფოსფორმჟავა განიცდის კონდენსაციას, ფაქტობრივად სინთეზი მიმდინარეობს პოლიფოსფორმჟავების ხსნარ-ნალღობებიდან. ნარევი თავსდება მინა-გრაფიტის ტიგლებში (პარალელურ ცდებში გამოიყენებოდა აგრეთვე ნიკელის ტიგლები), რომლებიც თავსდება თერმოსტატირებულ მუფელის ღუმელში, სადღეღამისო ექსპერიმენტებში გახურება წარმოებს 3 დღიდან 10 დღემდე, რათა დეტალურად დადგინდეს შედეგების კორელაცია ტემპერატურასთან, ექსპერიმენტის ხანგრძლივობასთან,

კომპონენტების თანაფარდობასთან. დადგინდა - სისტემაში მონოვალენტური მეტალების არყოფნის შემთხვევაში სკანდიუმი წარმოქმნის ფოსფორ-შემცველ ნაერთებს: დაბალ ტემპერატურაზე სკანდიუმის მჟავა ტრიფოსფატს, ხოლო შედარებით მაღალ ტემპერატურაზე – გრძელჯაჭვიანპოლი ფოსფატს $Sc(PO_3)_3$. სკანდიუმის მჟავა ტრიფოსფატს $ScH_2P_3O_{10}$, მსგავსად ავტორების მიერ სინთეზირებული გალიუმის ტრიფოსფატისა $GaH_2P_3O_{10}(1-2)H_2O$ [3,4,7], სავარაუდოდ აქვს მკვეთრად გამოხატული იონთმიმომცველი თვისებები. ეს დასკვნა კეთდება ამ ნაერთთა გარკვეული იზომორფიზმიდან გამომდინარე, სწორედ ამითაა განპირობებული მათი გამოყენების ფართო პერსპექტივები, როგორც არაორგანული იონთმიმომცველისა.

სარეაქციო არეში Ag შეტანისას აღებულია შემდეგი თანაფარდობები $n = 15:2,5:1; 15:5:1; 15:7,5:1; 15:10:1; 15:5:1,5; 15:7,5:1,5$ რაც განპირობებული იყო საწყისი კომპონენტების ურთიერთკორელაციის ოპტიუმის ძიებით. სინთეზირებულია უაღრესად საინტერესო ორმაგი არაორგანული პოლიმერი - ციკლოტეტრაფოსფატი, რომელიც იზომორფულია ადრე მიღებული ნატრიუმ-გალიუმის ციკლოტეტრაფოსფატისა [22,23]. სკანდიუმ-ვერცხლის შემცველი მსგავსი ნაერთები ლიტერატურაში არაა აღწერილი. ქვემოთ მოტანილია სინთეზირებული კონდენსირებული ნაერთების რენტგენოფაზური ანალიზით კვლევის შედეგები. რენტგენოგრამები ჩაწერილია $DPOH-3M$ ტიპის რენტგენულ დიფრაქტომეტრზე $Cu-K\alpha$ ანოდის გამოსხივებით, $2\theta = 100 - 600$ დიაპაზონში. დეტექტორის სიჩქარეა 20/წთ, $d\alpha/n$ – სიბრტყეთა შორის მანძილია, ხოლო I/I_0 – ფარდობითი ინტენსივობა. საანალიზო ნიმუშებში საწყისი არაორგანული რეაქტივები ($Ga_2O_3, Sc_2O_3, AgNO_3$, და მათი ჰიდრატები) არ აღინიშნება. მიღებულ რენტგენოგრამებზე ფაზათა იდენტიფიცირება მოხდა ამერიკის დიფრაქციული მონაცემების საერთაშორისო ცენტრის ((American Society for Testing and Materials – ASTM) სტანდარტული მონაცემების შესაბამის ეტალონებთან შედარებით. ვინაიდან კათიონთა აღნიშნული კომბინაციის (Ag-Sc) შემცველი სტანდარტული ორმაგი ფოსფატების (აგრეთვე დი- და ტრიფოსფატების) რენტგენოფაზური მონაცემები ფაქტიურად არ არის შესწავლილი, მიღებული რენტგენოგრამები შედარდა ნიმუშებთან ახლოს მდგომი სინთეზირებული ნაერთების სტანდარტულ მონაცემებთან (ცხრილები 3 და 4) და სინთეზის პირობების გათვალისწინებით დადგინდა მიღებული ნიმუშების სავარაუდო შედგენილობა, რაც დადასტურდა კლასიკური ქიმიური მეთოდებით.

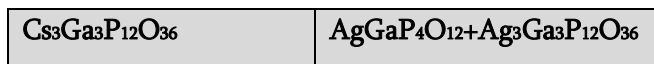
ცხრილი 3. პირველად სინთეზირებული გალიუმ-ვერცხლის და სკანდიუმ-ვერცხლის ტეტრაფოსფატების რენტგენოფაზური ანალიზის მონაცემები და მათი შედარება სხვა მსგავს ნაერთებთან და ვერცხლის ტრიფოსფატის ASTM-11-642 - ის მონაცემებთან

$AgScHP_3O_{10}$		$Ag_5P_3O_{10}$		$AgSc(H_2P_2O_7)_2 \cdot (1-2)H_2O$		$NaSc(H_2P_2O_7)_2 \cdot 2H_2O^{10}$		$AgScP_4O_{12}$		$AgGaP_4O_{12}$		$NaGaP_4O_{12}$	
d/n	I/I ₀	d/n	I/I ₀	d/n	I/I ₀	d/n	I/I ₀	d/n	I/I ₀	d/n	I/I ₀	d/n	I/I ₀
-	-	4.81	20	-	-	-	-	4.69	5	4.67	7	4.71	8
4.04	24	-	-	4.04	25	-	-	-	-	4.43	15	4.43	25
-	-	-	-	-	-	4.17	41	-	-	4.20	19	4.27	30
-	-	-	-	-	-	4.00	37	3.94	5	3.94	27	3.94	49
-	-	-	-	-	-	-	-	3.83	100	3.83	80	3.80	15
-	-	3.69	5	-	-	3.67	10	3.63	10	-	-	3.65	8
-	-	3.60	5	-	-	3.59	4	3.56	10	-	-	3.53	5
-	-	-	-	3.43	33	3.49	25	-	-	-	-	-	-
3.36	72	3.37	10	-	-	3.35	29	3.37	31	3.38	38	3.35	16
-	-	3.29	10	3.32	24	-	-	-	-	-	-	3.29	5
3.20	29	3.21	15	-	-	3.24	96	-	-	-	-	3.14	5
-	-	3.15	25	3.08	33	3.18	8	-	-	3.08	23	3.08	10
3.03	9	3.04	15	3.02	30	-	-	3.03	80	3.03	100	3.03	100
-	-	2.96	50	2.98	100	2.98	100	-	-	2.82	18	-	-
-	-	-	-	-	-	2.96	19	-	-	2.75	40	-	-
2.84	100	2.86	95	2.82	55	2.82	52	2.83	19	-	-	2.85	20
-	-	2.76	50	-	-	-	-	2.77	20	2.69	15	2.76	10
-	-	2.72	50	2.74	28	2.74	7	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	2.70	14	2.68	25	2.56	13	-	-
2.64	77	2.60	100	2.64	23	2.62	5	-	-	-	-	2.63	10
2.59	69	-	-	-	-	2.58	4	2.56	15	2.40	19	2.56	3
2.52	14	2.52	30	2.54	32	2.55	7	2.49	16	-	-	2.48	7
2.43	7	2.46	15	-	-	2.47	4	2.41	26	-	-	2.40	3
2.37	8	2.38	10	-	-	2.39	7	-	-	-	-	-	-
-	-	2.33	5	-	-	2.33	6	2.33	6	2.25	15	2.32	29
-	-	-	-	2.31	32	2.30	4	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	2.25	18	-	-	2.25	16	2.15	11	2.20	16

2.21	20	-	-	2.22	18	2,17	12	2.20	12	-	-	-	-
2.13	31	2.15	5	-	-	-	-	-	-	2.06	6	2.14	5
-	-	2.10	5	-	-	2,10	18	-	-	2.03	5	2.13	3
-	-	-	-	2.03	9	2,07	6	2.07	2	-	-	-	-
2.03	20	2.00	10	-	-	2,04	7	-	-	-	-	2.05	3
-	-	1.96	15	-	-	2,02	18	2.00	5	1.89	8	-	-
1.93	11	1.94	5	-	-	1,95	11	1.92	7	-	-	-	-
1.89	10	1.89	15	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	1.88	10	1.83	21	-	-	1.87	6	1.68	8	1.87	3
1.76	6	-	-	1.75	11	-	-	1.86	6	-	-	1.85	6
1.67	18	-	-	1.68	22	-	-	1.69	6	-	-	-	-
1.64	18	-	-	1.66	28	-	-	-	-	-	-	-	-
1.62	18	-	-	1.64	33	-	-	-	-	-	-	-	-

მოტანილი ცხრილიდან ჩანს გალიუმ-ვერცხლის და სკანდიუმ-ვერცხლის ტეტრაფოსფატების ურთიერთ-იზომორფიზმი და მათი მსგავსება, ფაქტიურად იზომორფულობა ქართველი მკვლევარების [7,8,11] მიერ ადრე მიღებულ ნატრიუმ-გალიუმის ტეტრაფოსფატთან.

ცხრილი 4. პირველად სინთეზირებული გალიუმ-ვერცხლის ციკლოდოდეკაფოსფატის რენტგენოფაზური ანალიზის მონაცემები და მათი შედარება ანალოგიურ ნაერთთან - ცეზიუმ-გალიუმის ციკლოდოდეკაფოსფატთან.



d_{α}/n	I/I_0	d_{α}/n	I/I_0
5.09	14	4.69	5
–	–	–	–
4.00	24	3.94	5
–	–	–	–
3.86	100	3.83	100
–	–	–	–
3.59	5	–	–
3.50	20	3.63	10
–	–	3.56	10
3.25	24	3.37	31
3.14	20	–	–
2.94	40	3.03	80
2.83	68	2.83	19
2.76	7	2.77	20
2.68	14	2.68	25
–	–	2.56	15
–	–	2.49	16
2.40	6	2.41	26
2,36	40	2.33	6
2.33	10	2.25	16
2.27	7	2.20	12
2.17	4	–	–
2.14	5	2.07	2
–	–	2.00	5
–	–	1.92	7
–	–	1.87	6
–	–	1.86	6
–	–	1.69	6

თავი II

ექსპერიმენტული ნაწილი

სინთეზირებული ნიმუშების წყალხსნარში გადასაყვანად ვერცხლის ტიგელში ავიღეთ კარგად გაფხვიერებული 0,15 გ საანალიზო წონაკი, დაუმატეთ კალიუმის ტუტის 15 მარცვალი, 6 წვეთი გამოხდილი წყალი, მოვურეთ და დავდგით წინასწარ 400°C გახურებულ მუფელში, გავაჩერეთ 5-10 წუთი ერთგვაროვანი მასის მიღებამდე, გავაციეთ და დაუმატეთ 10 სმ³ გამოხდილ წყალი, მოვურიეთ შენაღობის სრულ გახსნამდე და გადავიტანეთ მინის ცეცხლგამძლე ჭიქაში (100 სმ³). გასანიტრალეზად დავამატეთ 10 სმ³ კონცენტრირებული აზოტმჟავა. შესამჟავებლად არ შეიძლება მარილმჟავას გამოყენება, რადგან სინთეზირებული ნაერთები შეიცავენ ვერცხლის იონებს, რომლებიც კლორ-იონთან ნაღვეს წარმოქმნიან. მიღებული საანალიზო ხსნარი გავაცხელეთ სუსტ ქურაზე მშრალ ნაშთამდე. ჭიქის კედლები ჩავრეცხეთ გამოხდილი წყლით, გადავიტანეთ საზომ კოლბაში (50 სმ³) და შევავსეთ ჭდემდე. მიღებული ხსნარებიდან ავიღეთ ალიქვოტები ფოსფორის, ვერცხლის, სკანდიუმის და გალიუმის განსასაზღვრად.

ფოსფორის განსაზღვრა

ფოსფორის განსაზღვრისათვის მრავალი მეთოდია ცნობილი. ჩვენს მიერ სინთეზირებული ნიმუშების საანალიზოდ არჩეულ იქნა ანალიზის წონითი მეთოდი Mg₂P₂O₇-ის სახით და ფოტომეტრული მეთოდი ფოსფორო-ვანადიუმი-მოლიბდენის კომპლექსნაერთის სახით.

2.1 ფოსფორის განსაზღვრა ფოტომეტრული მეთოდი

მეთოდი დამყარებულია ყვითელი შეფერილობის ფოსფორო-ვანადიუმი-მოლიბდენის კომპლექსნაერთის წარმოქმნაზე, რომელსაც შეესაბამება ფორმულა: P(Mo₃O₁₀)₂(V₂O₅)₃ შეფერვის მაქსიმალური ინტენსივობა მიიღწევა 1N HNO₃ არეში.

საკალიბრო გრაფიკის აგება:

საზომ კოლბებში (50სმ³) მიკრობიურეტით ავიღეთ 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 სმ³ სტანდარტული ხსნარი, რომლის 1 სმ³ შეიცავს 0,1 მგ ფოსფორ (V)-ის ოქსიდს $TP_{2O_5}=0,1$ მგ/სმ³ დავამატეთ მცირეოდენი წყალი, 2,5სმ³ აზოტმჟავა $d=1,40$, სამუშაო ხსნარი A სმ³, შევავსეთ ჭედმდე და კარგად ავურიეთ. 15 წუთის შემდეგ გავზომეთ ოპტიკური სიმკვრივე ხელსაწყოზე KFK-2 440 ნმ ტალღის სიგრძეზე (ლურჯი შუქფილტრი). შესადარებელი ხსნარის მიმართ $l=10$ მმ ან $l=20$ მმ. შესადარებელ ხსნარად გამოვიყენეთ საკალიბრო გრაფიკის პირველი წერტილი, რომელიც მომზადებულია იგივე პირობებში ფოსფორის სტანდარტული ხსნარის გარეშე. მიღებული მონაცემები მოცემულია :

ცხრილი 5.

ფოსფორ (V)-ის ოქსიდს საკალიბრო გრაფიკის მონაცემები

სმ ³ /50სმ ³	P_{2O_5} მგ/50სმ ³ სტანდარტული ხსნარი	$l= 10\text{მმ}$	$l=20\text{მმ}$
1,0	0,1	0,03	0,06
2,0	0,2	0,06	0,120
3,0	0,3	0,09	0,180
4,0	0,4	0,120	0,235
5,0	0,5	0,150	0,290
6,0	0,6	0,180	0,350

7,0	0,7	0,205	
8,0	0,8	0,235	
9,0	0,9	0,265	

ანალიზის მსვლელობა: წინასწარ მომზადებულ საკვლევი ხსნარებიდან პიპეტით ავიღეთ ალიქვოტი 5 სმ³, გადავიტანეთ ცეცხლგამძლე ჭიქაში, დავამატეთ აზოტმჟავა $d=1,40$ 5-10 სმ³, ამოვაშრეთ მშრალ ნაშთამდე. ჭიქებს მოვაკლეთ გამოხდილი წყალი, დავამატეთ 2,5 სმ³ აზოტმჟავა $d=1,40$, 8 სმ³ სამუშაო ხსნარი A, გადავიტანეთ 50 სმ³ საზომ კოლბაში, შევაკვსეთ ჭდემდე და 15 წუთის შემდეგ გადავიღეთ შეფერვის ინტენსივობა, ისევე როგორც გრაფიკის აგებისას. იგივე ხსნარებით, იმავე პირობებში ჩავატარეთ ბრმა ცდა. საკვლევ ხსნარებში ფოსფორის შემცველობა ავითვალეთ საკალიბრო გრაფიკზე. შედეგები მოცემულია

ცხრილი 6.

საკვლევ ნიმუშში P₂O₅-ის შემცველობა

ნიმუშის დასახელება და მოლური თანაფარდობა	ოპტიკური სიმკვრივე l=10 მმ	P ₂ O ₅ -ის შემცველობა ალიქვოტურ ნაწილში, მგ	P ₂ O ₅ -ის შემცველობა ნიმუშში, %	P-ს შემცველობა ნიმუშში, %	შენიშვნა
P/Ag/Sc 15:5:1	0,285	0,95	60,0	26,2	
P/Ag/Sc 15:7,5:1	0,280	0,93	58,7	25,6	
P/Ag/Ga 15:5:1	0,255	0,86	54,0	23,7	
P/Ag/Ga 15:7,5:1	0,260	0,89	56,4	24,6	
0	0,015	0,05			

საანალიზო ნიმუშში ფოსფორის და ფოსფორ (V) ოქსიდის გამოსათვლელად ვისარგებლეთ ფორმულით:

$$\% P_2O_5 = (A - a) \cdot 100 / m_1$$

m₁ - საანალიზო ხსნარის ალიქვოტში ნიმუშის მასა მგ-ში 0,3·5= 1,5მგ

A- საკალიბრო გრაფიკზე საანალიზო ხსნარის ალიქვოტში ნაპოვნი ფოსფორ (V) ოქსიდის შემცველობა მგ-ში.

a- საკალიბრო გრაფიკზე ბრმა ცდის ალიქვოტში ნაპოვნი P₂O₅-ის შემცველობა მგ-ში.

ფოსფორზე გადასათვლელი კოეფიციენტი გამოითვლება ფორმულის მიხედვით

$$Mr(P_2O_5) = 142, \quad Ar(P) = 31, \quad K = 42/142 = 0,436$$

2.2 ფოსფორის განსაზღვრის გრავიმეტრული (წონითი) მეთოდი Mg₂P₂O₇-ის სახით

საკვლევ ნიმუშში ფოსფორის განსაზღვრის წონითი მეთოდი დაფუძნებულია ნიმუშის დაშლისას წარმოქმნილი ორთოფოსფატის დალექვაზე აზოტმჟავის და ამონიუმის

ნიტრატის თანაობისას ამონიუმის მოლიბდატის (NH₄)₃PO₄ · 12 MoO₃ · 2HNO₃ · H₂O სახით.

ფოსფორის დალექვა ამონიუმის მოლიბდატით მოითხოვს გარკვეული პირობების ზუსტად დაცვას. ნალექის შედგენილობა დამოკიდებულია - დალექვის პირობების, რეაქტივის შედგენილობის და სხვა ნივთიერებების არსებობაზეც. დალექვის პირობებში ფოსფორის განსაზღვრის ხელისშემშლელი ელემენტების უმეტესობა რჩება სარეაქციო არეში. ფოსფორის რაოდენობრივი განსაზღვრისთვის აუცილებელია P:Mo თანაფარდობის 1:12 დაცვა, რაც ანალიზის მსვლელობაში რთული მისაღწევია, ამიტომ წარმოქმნილი ნალექი გავხსენით ამიაკში და ფოსფორი ხელახლა დავლექეთ მაგნეზიალური ხსნარის MgNH₄PO₄ სახით, მიღებული ნალექი გადავლექეთ, გავახურეთ და ავწონეთ Mg₂P₂O₇-ის სახით. ორგანიკა ხელს უშლის ფოსფორის განსაზღვრას, ამიტომ თუ საკვლევ ნიმუშში მოსალოდნელია მისი არსებობა, მას წინასწარ აშორებენ ნიმუშის ფაიფურის ტიგელში გახურებით.

ფილტრი ნალექით მოვათავსეთ ფაიფურის ტიგელში და ფრთხილად დავფერფლეთ მუფელის დასაწყისში ღია კარებით, როცა ნალექი ჩაიფერფლება გავაცხელეთ 20-25 წუთი 900-1000°C მუდმივ მასამდე. ამ დროს მიმდინარეობს რეაქცია:



P₂O₅-ზე გადასათვლელად Mg₂P₂O₇ მასა გავამრავლეთ 0,6379. მიღებული შედეგებით გამოვთვალეთ ფოსფორ (V) ოქსიდის შემცველობა. წონითი მეთოდით ფოსფორის განსაზღვრის შედეგები მოცემულია

ცხრილი 7. საკვლევ ნიმუშში P₂O₅-ის შემცველობა

ნიმუშის დასახელება და მოლური თანაფარდობა	P ₂ O ₅ -ის შემცველობა ალიქვოტურ ნაწილში, მგ	P ₂ O ₅ -ის შემცველობა ნიმუშში, %	P-ს შემცველობა ნიმუშში, %
P/Ag/Sc 15:5:1	0,0143	61,0	26,6
P/Ag/Sc 15:7,5:1	0,0140	59,5	26,0
P/Ag/Ga 15:5:1	0,0128	54,4	23,8
P/Ag/Ga 15:7,5:1	0,0135	57,4	25,1

ვერცხლის განსაზღვრა

საკვლევი ნიმუშის შედგენილობიდან და შემცველობიდან გამომდინარე ლიტერატურაში ვერცხლის განსაზღვრის სხვადასხვა მეთოდია აღწერილი, საანალიზო ნიმუშებში ვერცხლის განსაზღვრად შერჩეულ იქნა ატომურ-აბსორბციული და მოცულობითი მეთოდი.

2.3 ვერცხლის განსაზღვრის ატომურ-აბსორბციული მეთოდი

მეთოდის საფუძველია ატომურ-აბსორბციულ ხელსაწყოზე ატომური შთანთქმის ინტენსივობის განსაზღვრა. რეზონანსული გამოსხივების წყაროდ გამოიყენება სპეციალური ვერცხლის ნათურა. ატომიზაციისთვის საანალიზო ხსნარი გავაფრქვიეთ ჰაერ-აცეტილენის არეში.

სტანდარტული ხსნარის (ხსნარი A) მომზადება:

ქიმიურად სუფთა ვერცხლის მავთულის (99,99%) წონაკი მოვათავსეთ ცეცხლგამძლე ჭიქაში, გავხსენით 10სმ³ აზოტმჟავა (1:1), სუსტ ქურაზე გაცხელებით დავამატეთ 20-25სმ³ გამოხდილი წყალი და რაოდენობრივად გადავიტანეთ საზომ კოლბაში (500სმ³), ჭდემდე შევავსეთ მარილმჟავით (1:3). მიღებული ხსნარის 1სმ³ შეიცავს 200მკგ ვერცხლს.

სამუშაო სტანდარტული ხსნარის მომზადება:

100სმ³ საზომ კოლბებში მოვათავსეთ 0,2; 0,5; 1; 2; 2,5; 4; 5სმ³ სტანდარტული ხსნარი A და შევავსეთ ჭდემდე მარილმჟავის (1:4) ხსნარით. მიღებული ხსნარები შეიცავს 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 8,0; 10,0 მკგ ვერცხლს 1სმ³. ხსნარები მდგრადია 2 თვის განმავლობაში. ყოველი სტანდარტული და საანალიზო ხსნარის ოპტიკური სიმკვრივე განისაზღვრა ერთდროულად თითოეული სამ-სამჯერ.

ჩატარდა მომზადებული ხსნარების ატომურ-აბსორბციული განსაზღვრა, რომელთა შთანთქმის ინტენსივობა ბევრად გასცდა საკალიბრო გრაფიკის მონაცემებს 10მკგ/სმ³, შესაბამისად საკვლევი ხსნარში ვერცხლის შემცველობა დაახლოებით 10% და მეტია. ვერცხლის ასეთი შემცველობისთვის მაღალი სიზუსტის შედეგების მისაღებად განსაზღვრის მოცულობითი მეთოდია რეკომენდებული. საკვლევი ხსნარში ვერცხლის რაოდენობრივი შედგენილობის განსაზღვრად ფოლგარდის მეთოდი იქნა გამოყენებული.

2.4 ვერცხლის განსაზღვრის მოცულობითი მეთოდი

მოცულობითი მეთოდით ვერცხლი შეიძლება განისაზღვროს, როგორც პირდაპირი ისე უკუტიტრირების მეთოდით. ვერცხლის განსაზღვრის უკუტიტრირების მეთოდი (მორის მეთოდი) დაფუძნებულია ნატრიუმის ქლორიდის ტიტრიანი ხსნარის სიჭარბის დადგენაზე. ვერცხლის ნიტრატის განეიტრალეულ ხსნარს მუდმივი მორევით დაამატეს ნატრიუმის ქლორიდის სიჭარბე, ინდიკატორი კალიუმის ქრომატი და გატიტრეს ვერცხლის ნიტრატის ტიტრიანი ხსნარით-ვერცხლის ქრომატის მდგრადი აგურისფერი შეფერილობის მიღებამდე, რომელიც არ ქრება ხსნარის ძლიერი შენჯღრევით.

ვერცხლის განსაზღვრის პირდაპირი ტიტრირების (ფოლგარდის) მეთოდი, დაფუძნებულია ვერცხლის და როდანიდის იონების მოქმედებისას მცირედ ხსნადი ნალექის წარმოქმნაზე $Ag^+ + SCN^- = AgSCN$. ინდიკატორად გამოვიყენეთ რკინა ამონიუმის შაბის ხსნარი.

ექვივალენტობის წერტილის მიღწევისას როდანიდ იონების (SCN^-) სიჭარბე რკინის იონებთან (Fe^{3+}) წარმოქმნიან წითელი შეფერილობის $FeSCN^{2+}$ ხსნად კმპლექსს. ტიტრირება ჩატარდა ოთახის ტემპერატურაზე ($25^{\circ}C$) განზავებულ აზოტმჟავა არეში (მოცულობით 1:10%), საუკეთესოა 0,2-0,4 N აზოტმჟავა არე, კონცენტრირებული აზოტმჟავა აფერხებს რკინის როდანიდის წარმოქმნას, უფრო მაღალი ტემპერატურა კი იწვევს ხსნარის გაუფერულებას. ანალიზის მსვლელობისას $AgSCN$ თეთრი ფერის ნალექის წარმოქმნა გრძელდება მანამ, სანამ საანალიზო ხსნარს დაემატება ვერცხლის იონების ექვივალენტური რაოდენობის კალიუმის ან ამონიუმის როდანიდის ტიტრიანი ხსნარი.

ანალიზის მსვლელობა

ტიტრის დადგენა: ერლენმეიერის კოლბაში საანალიზოდ ავიღეთ ვერცხლის ნიტრატის 0,025 N ხსნარის ალიქვოტი 5 სმ³, დავამატეთ 4 სმ³ რკინა ამონიუმის შაბი, გამოხდილი წყალი 100 სმ³ და წვეთობით განზავებული აზოტმჟავა გაუფერულებამდე, მიკრბიურეტიდან ენერგიული შენჯღრევით წვეთობით დავამატეთ ამონიუმის როდანიდის ხსნარი მდგრადი ბაცი ვარდისფერის მიღებამდე, ერთდროულად ჩატარდა სამი პარალელური განსაზღვრა, დადგინდა ტიტრირების კოეფიციენტი და ტიტრი. $T=2,6323$ მგ. სინთეზირებულ ნიმუშებში ვერცხლის და ვერცხლის ოქსიდის შემცველობა მოცემულია

ცხრილი 8. საკვლევ ნიმუშში Ag₂O-ს შემცველობა

ნიმუშის დასახელება და მოლური თანაფარდობა	0,025 N ამონიუმის როდანიდის მოცულობა, სმ ³	Ag ₂ O-ს შემცველობა ნიმუშში, %	Ag-ის შემცველობა ნიმუშში, %	შენიშვნა
P/Ag/Sc 15:5:1	1,30	24,5	22,81	
P/Ag/Sc 15:7,5:1	1,24	23,3	21,7	
P/Ag/Ga 15:5:1	1,34	25,2	23,5	
P/Ag/Ga 15:7,5:1	1,28	24,2	22,5	

მონაცემები მოცემულია ბრმა ცდის შედეგების გამოკლებით

2.5 გალიუმის და სკანდიუმის გრავიმეტრული განსაზღვრა

გალიუმის და სკანდიუმის რაოდენობრივი განსაზღვრის მრავალი მეთოდია ცნობილი, განსაზღვრის კონკრეტულ მეთოდს ირჩევენ საკვლევ ობიექტის შეგენილობიდან, მოსალოდნელი შემცველობიდან და სიზუსტისადმი წაყენებული მოთხოვნების შესაბამისად. ლიტერატურულ მონაცემებზე დაყრდნობით ჩვენს მიერ სინთეზირებულ კონდენსირებულ ფოსფატებში გალიუმის და სკანდიუმის განსაზღვრად შეირჩა გრავიმეტრული მეთოდი. მეთოდის არსი- გალიუმი და სკანდიუმი სუსტ მჟავა, ნეიტრალურ და სუსტამიაკურ ხსნარებში ოქსიქინოლინით რაოდენობრივად ილექება.

საკვლევი ხსნარებიდან ავიღეთ ალიქვოტური ნაწილი 15 სმ³, დავამატეთ 100 სმ³ გამოხდილი წყალი, 5 სმ³ ორთო-ოქსიქინოლინი, გავაცხელეთ 70-80⁰ C-მდე და წვეთობით დავამატეთ ამიაკის ხსნარი (1:1) სრულ დალექვამდე. ხსნარის ფერი ნალექის ზემოთ ბაცი ყვითელია. ამიაკის დამატებიდან 30-40 წამის შემდეგ გამოიყოფა ფანტელეზით ლიმონისფერი ნალექი, ხსნარ-ნალექი დავტოვეთ წყლის აბაზანაზე 2 საათის განმავლობაში,გადმოვდგიტ და დავაყოვნეთ 6-12 საათი, შემდეგ გავფილტრეთ წყლის ტუმბოს მეშვეობით. ნალექის გაშრობა ხდება 120⁰-130⁰ C -ზე. გალიუმის და სკანდიუმის გრავიმეტრული განსაზღვრის შედეგები მოცემულია ცხრილი 9,რომელიც გაერთიანებულია საბოლოო შედეგებთან

ცხრილი 9. გალიუმის და სკანდიუმის გრავიმეტრული განსაზღვრის შედეგები,რომლებიც გაერთიანებულია საბოლოო შედეგებთან.

ნიმუშის დასახელება	მოლური თანაფარდობა	P ₂ O ₅ ფოტომეტრული	P ₂ O ₅ წონითი	Ag ₂ O მოცულობითი	Sc ₂ O ₃	Ga ₂ O ₃
P/Ag/Sc	15:5:1	60,0	61,0	24,5	14,3	
P/Ag/Sc	15:7,5:1	58,7	59,5	23,3	15,8	
P/Ag/Ga	15:5:1	54,0	54,4	25,2		21,8
P/Ag/Ga	15:7,5:1	56,4	57,4	24,2		20,7

ექსპერიმენტული სამუშაოები შესრულდა აკრედიტირებულ ლაბორატორიაში (GACTL-0117) დაკალიბრებულ ხელსაწყოებზე და ჭურჭელზე სერთიფიცირებული რეაქტივების გამოყენებით.

2.6 გამოყენებული აპარატურა,ჭურჭელი და რეაქტივები

ფოსფორის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის:

1. ანალიზური სასწორი
2. ფოტოკოლორიმეტრი KFK-2
3. კიუვეტი L=10 მმ, 20 მმ
4. მიკრობიურეტი 5სმ³
5. პიპეტი 5სმ³, 10სმ³
6. საზომი კოლბები 50სმ³
7. აზოტმჟავა d=1,40
8. ხსნარი I. 10გ მოლიბდენმჟავას ამონიუმი გაიხსნა 100 სმ³ გამოხდილ წყალში, 50-60⁰ C ,შემდეგ ფრთხილად დაემატა HNO₃ d=1,4 2სმ³.
9. ხსნარი II. 0,3გ ვანადიუმმჟავა ამონიუმი გავხსენით 50 სმ³ წყალში, გავაცხელეთ 50-60⁰ C, გავაციეთ და დავუმატეთ 50 სმ³ HNO₃ (1:3) თანაფარდობით.
10. სამუშაო ხსნარი (ხსნარი A)

I და II ხსნარები შეერია და დაემატა 16 სმ³ HNO₃ d=1,4. გამზადებული რეაქტივი შევინახეთ დაბურულ ჭურჭელში მიხეხილი თავსახურით, შენახვისას შეიძლება გამოიყოს ნალექი,უნდა დამზადდეს ახალი ხსნარი.ამიტომ ვამზადებდით მცირე რაოდენობით ხსნარს.

11. P₂O₅ - ის სტანდარტული ხსნარი: 0,4394გ კალიუმის დიჰიდრო ფოსფატი KH₂PO₄ გავხსენით გამოხდილ წყალში და განვაზავეთ 1დმ³-მდე საზომ კოლბაში, 1სმ³ ასეთი ხსნარი შეიცავს 0,0001გ ე.ი 0,1მგ ფოსფორს 0,000229გ , 0,229 მგ ფოსფორ (V)-ის ოქსიდს.

ფოსფორის გალიუმის და სკანდიუმის წონითი მეთოდის განსაზღვრისთვის:

- 1.ანალიზური სასწორი
2. მუფელის ღუმელი
3. მინის ჭიქა დანაყოფებით 250 სმ³
4. ცეცხლგამძლე ჭიქა 250 სმ³
5. მინის ძაბრი
- 6.ფილტრის ქაღალდი 11 სმ ლურჯი ზოლით
7. ამონიუმის ჰიდროქსიდი ქ.ს 25% და 1:10 განზავებული ხსნარი
8. აზოტმჟავა d=1,4
9. ამონიუმის ნიტრატი
10. ამონიუმის მოლიბდატი ქ.ს 6%-იანი ხსნარი. 6გ ამონიუმის მოლიბდატი გავხსენით 50-60⁰C გამთბარ წყალში, გავაციეთ, გადავიტანეთ საზომ კოლბაში 100 სმ³ შევაცხეთ ჭედმდე.
11. ინდიკატორი მეთილწითელი. 1გ მეთილწითელი გავხსენით 100 სმ³ სპირტში.
12. წყლის აბაზანა
- 13.ამიაკი.
- 14.ორთო-ოქსიქინოლინი.

ვერცხლის ატომურ-აბსორბციული მეთოდით განსაზღვრისთვის:

1. ატომურ-აბსორბციული სპექტროფოტომეტრი (მარკა)
2. ვერცხლის ნატურა
3. თხევადი აცეტილენის ბალონი
4. აზოტმჟავა $d=1,40$
4. მარილმჟავა $d=1,19$
5. ვერცხლის მავთული ან ვერცხლის სტანდარტული ხსნარი

ვერცხლის მოცულობითი მეთოდის განსაზღვრისთვის:

1. ანალიზური სასწორი, პიპეტები, მიკრობიუტრეტი, ერლენმეიერის კოლბეები
2. კონცენტრირებული აზოტმჟავა
3. ვერცხლის ნიტრატის $0,025N$ ხსნარი
4. ამონიუმის როდანიდი
5. რკინა ამონიუმის შაბი.

დასკვნა

1. კვლევის მიზანს შეადგენდა არაორგანული პოლიმერების, კონკრეტულად კი კონდენსირებული ფოსფატების სინთეზი და ფუნდამენტური შესწავლა. ტექნოლოგია ემყარება პოლიფოსფორმჟავათა ხსნარ-ნალღობებიდან კონდენსაციის გზით დღემდე უცნობი ახალი კონდენსირებული ფორმების - არაორგანული ოლიგომერების, ციკლური ნაერთების და გრძელჯაჭვიანი პოლიმერული ნაერთების მიღებას.

2. ექსპერიმენტების მთელი სერიების საფუძველზე დაგროვილია მნიშვნელოვანი სამეცნიერო გამოცდილება პერსპექტიული ორმაგი კონდენსირებული ოლიგო-, პოლი- და ციკლოფოსფატების სინთეზის, მათი აგებულების დადგენის და თვისებების შესწავლის სფეროში.

3. შესწავლილია პოლიკომპონენტური სისტემა $M_2^I O - M_2^{III} O_3 - P_2 O_5 - H_2 O$ ტემპერატურულ ინტერვალში 330-340°C-ზე, აგრეთვე ჩატარებულია მიღებული ნაერთების ქიმიური ანალიზი, შედარებულია კვლევის არსებული მეთოდები და შერჩეულია კონდენსირებულ ნაერთებში ფოსფორის, ვერცხლის და სამვალენტოანი მეტალების განსაზღვრის ოპტიმალური მეთოდები.

4. პირველადაა სინთეზირებული სკანდიუმ-ვერცხლის და გალიუმ-ვერცხლის ორმაგი ციკლოტეტრაფოსფატები. ნაერთები შესწავლილია გრავიმეტრული, ფოტომეტრული, მოცულობითი, ატომურ-აბსორბციული მეთოდებით. მიღებული არაორგანული პოლიმერული ნაერთების აგებულება დადგენილია რენტგენოფაზური ანალიზის მეშვეობით. მიღებული შედეგები გაანალიზებულია და შედარებულია სამეცნიერო პუბლიკაციებში არსებული მონაცემებთან და მოტანილია ინდიცირებული რენტგენოგრამები.

5. მიღებული შედეგები გაფორმებულია სტატიის სახით და მიღებულია სამეცნიერო ჟურნალში Nano Studies (ISSN 1987-8826) დასაბეჭდად.

გამოყენებული ლიტერატურა

1. Crystal Chemistry of Condensed Phosphates. Durif, A., Plenum Press, 3th edition, გვ. 318-441, 2014
2. Topics in Phosphate Chemistry. Averbuch–Pouchot, M.-Th., Durif, A., Singapore, World Sci., ISBN-13:978-9810226343, 1996, გვ. 174-209.
3. Avaliani, M., Barnovi, N., Esakia, N., Sh. Makhatadze. Apropos of inorganic polymers. Condensed phosphates as inorganic polymers and various domains of their applications, Proc. Georgian Acad. Sci. (Chem. Ser.), 2015, 41(3), 227-231. DOI: 10.13140/RG.2.2.31613.82408/1
4. Avaliani, M., Dzanashvili, D., Shapakidze, E., Esakia, N., New inorganic polymers: condensed phosphates and diverse spheres of their applications, in: book of abst. 26th Ann. World Forum Adv. Mater. “Polychar”, 2018, 1, 101-101. DOI: 10.13140/RG.2.2.16320.58885
5. Bandurkin, G. A., Chudinova, N. N., Lysanova, G. V. Krut’ko, V. A., Palkina, K. K., Komova, M. G. Heavy lanthanide phosphates: nanostructuring during their solid-phase synthesis. Russ. J. Inorg. Chem., 2006, 51(9), 1473-1482. DOI: 10.1134/S0036023606090117
6. Chudinova, N.N., Murashova, E. V. Yluikhin. A. B., Double cyclohexaphosphates of cesium and divalent metals. Inorg. Mater., 2003, 39(12), 1298-1302.
7. Avaliani, M. Gvelesiani, M., Purtseladze, B., Kveselava, V., Nikoleishvili, P., Gorelishvili, G., Chagelishvili, R., Barnovi N. Inorganic Polymers Double Condensed Phosphates of mono- and polyvalent Metals- General overview. International Conference “Innovative Technologies in Metallurgy and Materials Science” July 16-18, 2015, p. 124-128; Tbilisi, Georgia.
8. Avaliani, M., Purtseladze, B., Shohiashvili, E., Barnovi N. Apropos of inorganic polymers- Condensed phosphates and spheres of their applications. საქართველოს მეცნიერებათა ეროვნული აკადემიის მაცნე, ქიმიის სერია, ტ. 41, N3, გვ. 227-231, 2015.
9. ავალიანი მ., ბარნოვი ნ., გველესიანი მ., ესაკია ნ., ერთ- და სამვალენტიანი მეტალების კონდენსირებული ფოსფატების ქიმია. საქართველოს ქიმიური ჟურნალი, ი. ჯავახიშვილის სახ. თბილისის სახელმწიფო უნივერსიტეტის გამომცემლობა, ტ. 17, N1, გვ. 6-11. 2017.
10. Avaliani, M., Shapakidze, E., Areas of crystallization of double condensed phosphates of Ag and trivalent metals, 5th Int. Conf. Org. & Inorg. Chem. “Strategic Approach & Future

Generation Advancements in Organic & Inorganic Chemistry”, Paris, J Chemical Sci, 2018, 9, 63-63. DOI: 10.4172/2150-3494-C4-027

11. Avaliani M., Shapakidze E., Barnovi N., Dzanashvili D., Todradze G., Kveselava V., Gongadze N. Regio-controlled synthesis of double condensed oligo-, poly- and cyclo- phosphates, their characterization and possibilities of applications, due to their solid-state properties. Nano Studies, 19, N1, 2019.
12. ავალიანი მ. კონდენსირებულ ფოსფატების პრაქტიკული გამოყენების აქტუალობის საკითხი. მე-5 რესპუბლიკური კონფერენცია ქიმიაში, ი. ჯავახიშვილის სახ. თბილისის სახელმწიფო უნივერსიტეტი, მოხსენება ; თბილისი, გვ. 15-17, 2004.
<http://www.eurchembull.com/index.php/ECB>
13. ავალიანი, მ., გველესიანი, მ., გაფრინდაშვილი ვ. არაორგანული ფოსფატური ოლიგომერებისა და პოლიმერების სინთეზი. მე-5 რესპუბლიკური კონფერენცია ქიმიაში, მოხსენება; თბილისი, გვ. 13-15, 2004.
14. ავალიანი, მ. სამვალენტური და პოლივალენტური მეტალების პრაქტიკული გამოყენების საკითხისთვის. საქართველოს მეცნიერებათა ეროვნული აკადემიის მაცნე, ქიმიის სერია, ტ. 30, N1-2, გვ. 36-39, 2004.
15. ავალიანი, მ., გველესიანი, მ., გაფრინდაშვილი, ვ. არაორგანული პოლიმერების – კონდენსირებული ფოსფატების სინთეზი და კვლევა. საქართველოს მეცნიერებათა ეროვნული აკადემიის მაცნე, ქიმიის სერია, , ტ.31, N3-4 გვ. 233-236, 2005.
16. Avaliani, M. About development in chemistry and application of Condensed phosphates; Ivane Javakhishvili Tbilisi State University International Conference GEOHET 2011, book of abst.(55-56); Wellcome! S Samsoniya - chemistry.ge... The second conference on organic chemistry “Advances in Heterocyclic Chemistry” p. 162-163; 2011.
17. T. P. Marsh, Studies into the Ion Exchange and Intercalation Properties of $AlH_2P_3O_{10} \cdot 2H_2O$, PhD Thesis, University of Birmingham, 2011.
18. E.V. Murashova, N.N. Chudinova; Double Phosphates of Cesium-Indium, J. Neorgan. Mater., v. 37, N12, pp. 1521-1524, 2001,
19. სკანდიუმის არაორგანული და ანალიზური ქიმია. კომისაროვა ლ.ნ. მოსკოვი, გამომც. ედიტორიალი, 2006 (Комиссарова Л.Н. « Неорганическая и аналитическая химия скандия », М; Эдиториал УРСС, 2006).

20. Hore, K. The investigation of condensed phosphates of alkaline earth metals for use as biomaterials; M.Res.Th., etheses.bham.ac.uk- University of Birmingham, 2011.
21. Kulaev, I.S. , Vagabov, V.M. , Kuakovskaya T.V. Inorganic polyphosphate: Biological activities and industrial applications. Process biochemistry; Elsevier; 2012.
https://www.researchgate.net/publication/286007772_Inorganic_polyphosphate_Biological_activities_and_industrial_applications
22. Avaliani, M. Investigation and Thermal Behaviour of Double Condensed Compounds of Gallium, Scandium and Silver. J. Nano Studies, GTU/European Chemical Bulletin Edition ; 2017
23. Avaliani, M. Shapakidze, E., Barnovi, N., Gvelesiani, M., Dzanashvili, D. About New Inorganic Polymers-Double Condensed Phosphates of Silver and Trivalent Metals; Journal of Chemistry and Chemical Engineering (USA) J. Chem. Chem. Eng. 11, p. 60-64 2017.
24. ავალიანი, მ., გველესიანი მ. ცეზიუმ-გალიუმის და ცეზიუმ-ინდიუმის კონდენსირებული ფოსფატების საკრისტალოზაფიო არეები და წარმოქმნის კანონზომიერებანი.; საქართველოს მეცნიერებათა ეროვნული აკადემიის მაცნე, ქიმიის სერია, ტ. 32, N1-2, გვ. 52, 2006
25. Zanello P. Chains, Clusters, Inclusion Compounds, Paramagnetic Labels. 2nd ed., Elsevier, 2012.
26. Tananaev I.V. Some Aspects of the Chemistry of Phosphates and their Practical Application. Problems of Chemistry and Chem. Techñooogy, Nauka, 1987.
27. Avaliani M. General Overview of Synthesis and Properties of a New Group of Inorganic Polymers - Double Condensed Phosphates. ; International Conference on Advanced Materials and Technologies (ICAMT); (Engl.version); p. 240-245; 21-23 October, 2015, Tbilisi, Georgia
28. ავალიანი მ., კვესელავა ვ., ესაკია ნ. გალიუმის, ინდიუმის და სკანდიუმის განსაზღვრა ორმაგ კონდენსირებულ ფოსფატებში ოქსიქინოლინის მეშვეობით; საქართველოს ქიმიური ჟურნალი, თსუ გამომცემლობა. ISSN 1512-0686, N1, გვ. 17-26, 2018.
29. ო-ოქსიქინოლინის გამოყენება ანალიზურ ქიმიაში. რ. ბერგი. М, ОНТИ, 1937
30. Атомо-абсорбционный спектрохимический анализ. Брицке М.Э, М. Наука 1982.
31. Атомо-абсорбционный определение благородных металлов. Юделевич, И.Г ., Старцева, З.А. М. Наука, (159)1981.

32. Humphrey Ray E., Maniscalco M.R., Hinze W. Determination of silver by potentiometric titration with sodium thiosulfate; *Microchemical Journal*, v. 16, N 3, p.410-418, 1971, Elsevier, [https://doi.org/10.1016/0026-265X\(71\)90023-3](https://doi.org/10.1016/0026-265X(71)90023-3)
33. Крешков А. П. Основы аналитической химии. Теоретические основы. Количественный анализ. « Химия », 1971.
34. Базуев, Г.В. Журнал неорганической химии, 1990 г. т. 35, N2, с. 551-553
35. Пупышев А.А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. — М.: Техносфера, 2009.
36. Robinson, J.W., Frame, Skelly E., Frame G.M., VII edition, II CRC Press ; ISBN 9781420061352 - CAT# 61356
<https://www.crcpress.com/Undergraduate-Instrumental-Analysis/Robinson-Frame-Frame-II/p/book/9781420061352>.
37. Титриметрический и гравиметрический анализ в металлургии. Коростелев П.П. М., Металлургия, 320 с. 1985.
38. Аналитическая химия индия. Бусев А И., М. Изд. АН СССР. с. 122-126, 1958.
39. Harris D.Ch. Quantitative Chemical Analysis. Gravimetric analysis, precipitation titrations and combustion analysis. (8th edition), ed. by W. H. Freeman & Co, 673-691, 2010.