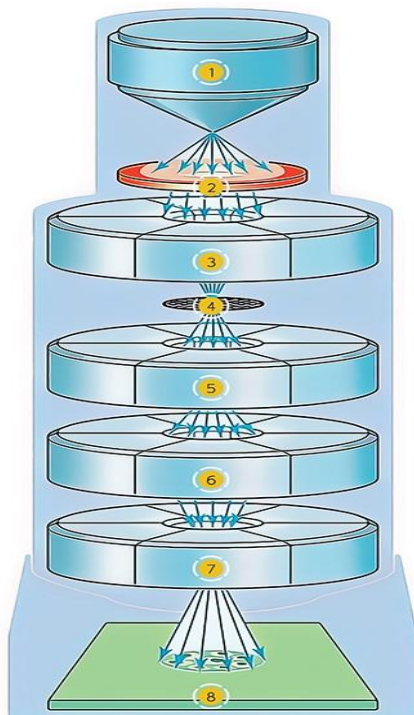


O‘ZBEKISTON RESPUBLIKASI
OLIY VA O‘RTA MAXSUS TA‘LIM VAZIRLIGI
TOSHKENT KIMYO-TEXNOLOGIYA INSTITUTI

FIZIK KIMYOVIY TAHLIL USULLARI

**Texnika oliy o‘quv yurtlari talabalari
uchun darslik**



TOSHKENT – 2021

УДК 543.4(075.8)

КБК 34.630 (3Ў36)

Z.A.Babaxanova. Fizik kimyoviy tahlil usullari. Darslik.-Toshkent. 2021, 335 b.

Darslikda fizik kimyoviy tahlil qilish usullari, materiallar struktura va xossalari ta'minlashda fizik kimyoviy usullarni o'rni va mohiyati, xom ashyo va materiallarning kimyoviy-mineralogik tarkibi, struktura tuzilishi, optik, termik, spektral, magnit, elektrik va boshqa hossalarni aniqlashda optik va elektron mikroskop, diffraktometr, infra qizil va ultrabinafsha spektrometr, atom absorbsion spektrometr, YMR va EPR spektrometr kabi jixozlarni yaratilish tarixi va rivojlanish tendenstiyasi, tuzilishi va ishlash tartibi, shuningdek zamonaviy ishlab chiqarish va ilmiy-tadqiqot ishlarida fizik-kimyoviy tahlil usullaridan foydalanish borasida nazariy va amaliy ma'lumotlar berilgan.

O'zbekiston Respublikasi Oliy va o'rta maxsus ta'lim vazirligining 2021 yil 31 maydagi 231-sonli buyrug'iga asosan uchbu darslik barcha texnik oliy ta'lim muassasalarining bakalavr ta'lim yo'nalishlari tavsiya etilgan va nashr etishga ruxsat berilgan.

Darslik o'quv yurtlarining 5320400-Kimyoviy texnologiya (ishlab chiqarish turlari bo'yicha) bakalavriat yo'nalishlari, hamda 5A320401 - Kimyoviy texnologiya (noorganik moddalar texnologiyasi) magistratura mutaxassisligi talabalari uchun mo'ljallangan bo'lib, undan materialshunoslik, noorganik va organik moddalar, silikat va qiyin erydigan materiallar texnologiyasi ixtisosligi bo'yicha faoliyat yurituvchi ilmiy hodim, magistr, doktorant, muhandis va texnik hodimlar ham foydalanishlari mumkin.

ISBN 978-9943-7616-0-5

Takrizchilar:

Yunusov M.Yu. - TKTI professori, texnika fanlari doktori, institut ilmiy kotibi

Azizov T.A. - O'zR FA "Umumiy va noorganik kimyo instituti" Fizik-kimyoviy tahlili laboratoriyasi mudiri, kimyo fanlari doktori, professor

MUNDARIJA

KIRISH	5
---------------------	---

I BOB. KIRISH. MIKROSKOPIK VA ELEKTRON MIKROSKOPIK TAHLIL USULLARI

1-§. Materiallar fizik kimyoviy tahlilining asosiy usullari. Elektromagnit nurlanish spektri	7
2-§. Mikroskopik tahlil usullari. Kristalloptik, immersiya va metalgrafik tahlillar.....	18
3-§. Mikroskopik tahlil uskunolari. Mikroskoplar turlari, tuzilishi va qoʻllanilish imkoniyatlari.....	31
4-§. Elektron mikroskopik tahlil usullari. SEM, TEM, STM usullari	47

II BOB. RENTGENOGRAFIK TAHLIL USULLARI (XRD)

5- §. Rentgenografik tahlil usullari (XRD). Fizikaviy asoslar. Rentgen nurlari diffraksiyasi. Vulf-Bregg tenglamasi.....	78
6- §. Rentgen nurlari, tekshirish usullari va asosiy uskunalar	94
7-§. Rentgenografik tahlil usullaridan foydalanish imkoniyatlari.....	108
8-§. Rentgenografiya natijalarini kompyuter tahlil qilish dasturlari. Rentgenografik tahlilning afzallik va kamchiliklari.	116
9-§. Yuqori dispersion rentgen flyuorescent tahlil usuli (EDXRF).....	124

III BOB. TERMOGRAFIYA TAHLIL USULLARI

10- §. Termografiya usullari. Termografiya usulining fizik asoslari.	140
11- §. Differensial termik tahlil.....	147
12- §. Termogravimetrik tahlil usullari.	155
13- §. Kompleks termik analiz.	163
14- §. Termik tahlilda foylaniladigan uskunalar, tarkibiy qismlari	165

IV BOB. SPEKTRAL TAHLIL USULLARI

15-§. Spektral tahlil tushunchasi	178
16-§. Atom emission spektroskopik taxlil (AES).....	180
17-§. Sifat va miqdoriy spektral tahlil.....	184
18-§. Atom-absorbsion spektrometriya (AAS) asoslari.....	189
19-§. Raman spektroskopiyasi	207
20-§. Alangali fotometriya	209
21-§. Infraqizil (IR) spektroskopik taxlil usullari, moddalarning IQ spektrlari.	214
22-§. IQ spektrometrik taxlil apparatlari, tuzilishi va qo‘llanilish imkoniyatlari.....	230
23-§. Ultrabinafsha (uv) spektroskopik taxlil usullari	243
24-§. UV va UV-VIS spektrometrik taxlil apparatlari, tuzilishi va qo‘llanilish imkoniyatlari.	256

V BOB. MAGNIT TAXLIL USULLARI

25-§. Yadro magnit rezonans (nmr) spektroskopiya.	268
26-§. Elektron paramagnit rezonans (EPR, ESR) . Spin.....	271
27-§. Moddalarning magnit xossalari.....	276
28-§. Magnit tahlil apparatlari, tuzilishi va qo‘llanilish imkoniyatlari	285
29-§. Mass-Bauer spektroskopiyasi va spektrometriyasi.....	291

NAZORAT TOPSHIRIQLARI	300
------------------------------------	------------

GLOSSARIY	304
------------------------	------------

ADABIYOTLAR ROYHATI.....	321
---------------------------------	------------

KIRISH

Darslik “Kimyoviy texnologiya (ishlab chiqarish turlari boyicha)” bakalavriat yo‘nalishlari va “Silikat va qiyin eriydigan nometall materiallar texnologiyasi” magistratura mutaxassisligi bo‘yicha ta‘lim olayotgan talabalarga noorganik va organik modda, shu jumladan, keramika, boglovchi va shisha materiallarni fizik kimyoviy tahlil qilish usullari, materiallar struktura va xossalarni o‘rganish va ta‘minlash borasida fizik-kimyoviy tahlil usullarini o‘rni va mohiyati, kimyoviy-mineralogik va element tarkibini, struktura tuzilishi, termik, elektrik, magnit, optik, spektral ko‘rsatkichlarini aniqlovchi jixozlar - mikroskop, diffraktometr, elektron mikroskop, spekrometr va spektrograflar kabi jixozlarini yaratilish tarixi va rivojining tendensiyasi, shuningdek o‘quv-ilmiy ishni olib borishda natijalarini tahlil qilish va qo‘llashga bagishlangan.

Darslikda materiallarni tadqiq qilishda fizik-kimyoviy tahlilni ilmiy ahamiyati, keramik, shisha va bog‘lovchi materiallarning zamonaviy tahlil usullarini o‘rganish bilan birga ilmiy-tadqiqot ishlarni bajarishda, hamda kimyoviy ishlab chiqarish jarayonlarida hom ashyo, yarim- va tayyor maxsulotning tarkibi, hossalari, struktura va tuzilishini o‘rganishda keng qo‘llaniladigan usullar batafsil yoritib berilgan.

Zamonaviy fizik-kimyoviy tahlil usullari sifatida mikroskopik, elektron mikroskopik - SEM, TEM, STM usullari, rentgen-spektral tahlili (mikrozond tahlili), rentgenografik, energiya dispersion rentgen fluorescent tahlil, differensial termik tahlil, differensial termogravimetrik, kompleks termik tahlil, sifat va miqdoriy spektral tahlil, raman-spektroskopiya, mass spektrometriya, infraqizil va ultra-binafsha spektroskopik tahlil, yadro magnit NMR-spektroskopiya va spektrometriyasi, Mass-Bauer spektroskopiya va spektrometriyasi, atom-absorbsion spektrometriya (AAS) usullari batafsil yoritib berilgan.

Zamonaviy ishlab chiqarish korxonalarida, tajriba va ilmiy-tadqiqot faoliyatni bajarishda fizik-kimyoviy tahlil usullari muhim o‘rinni egallaydi. Ishlab chiqarish korxonalarining samarali faoliyat ko‘rsatishi uchun ishlab chiqarilayotgan maxsulotni tarkibi, sifati va hossalarni talab darajasida ta‘minlashda ko‘rsatkichlarni doimiy tarzda o‘lchash va tahlil qilish zarur hisoblanadi. Har bir korxonada bunday o‘lchovlarni bajarish uchun maxsus laboratoriya tashkil etiladi va texnologik jarayonni boshqarishda laboratoriya tomonidan berilgan tavsiyalar inobatga olinadi.

O'zbekistonda zamonaviy ishlab chiqarish korxonalarini ochish, import o'rnini bosuvchi mahsulotlar ishlab chiqarishni mahalliyashtirish borasida muayyan yutuqlarga erishilmoqda. Jumladan, "Navoiyazot" negizida 100 ming tonna polivinilxlorid, Toshkent metallurgiya zavodida 500 ming tonna metall prokati, "Kvars", "Sirdaryo Glass" va "Zarafshon oyna" korxonalarida oyna ishlab chiqarish loyihalari asosida yiliga 2,5 milliard dollar miqdorida mahsulot ishlab chiqarilmoqda.

Shubhasiz, bunday zamonaviy ishlab chiqarish texnologiyalarda qo'llaniladigan hom ashyo materiallar va tayyor maxsulotning kimyoviy tarkibi doimiy nazorat qilinishi va aniqlanishi zarur. Zamonaviy shisha ishlab chiqarish korxonalarida tezkor kimyoviy tahlil usullari, jumladan energiya dispersion rentgen fluorescent spektrometr, stereo va 3D-mikroskoplardan keng foydalaniladi.

Qurilish materiallar, kon-metallurgiya, geologiya, mineral hom ashyolarni qazib olish, qayta ishlash va boyitish jarayonlarida ham zamonaviy tahlil usullaridan keng foydalaniladi. Bunda ba'zi hollarda tahlil uskunalari kon-poligonlarda, ba'zida esa korxona sharoitida qo'llaniladi. Masalan, konlarda qazib olinayotgan hom ashyolarni tarkibini nazorat qilish uchun neytron-aktivatsion usulidan foydalanib, uzluksiz holda ruda tarkibni bilish va nazorat qilish mumkin.

Dala sharoitida mobil diffraktometr uskunalari yo'rdamida hom ashyolarni tezkor va yuqori aniqlikda mineralogik tarkibini aniqlash mumkin. Tayyor maxsulotni dispersion holati va tuzilishi, maxsulot sifatiga salbiy ta'sir ko'rsatadigan nuqsonlarni aniqlashda mikroskopik tahlil usullaridan keng foydalaniladi.

Innovatsion ishlab chiqarish korxonalarining samarali ishlashini tashkil etishda, hamda olimlarning ilmiy-tadqiqot ishlarini bajarishda zamonaviy fizik-kimyoviy tahlil usullari o'ta muhim o'rin egallaydi. Texnolog va tadqiqotchilar ushbu usullarni bilishi, ularni qo'llash imkoniyatlari va tahlil qilish ko'nikmalariga ega bo'lishi zarur hisoblanadi.

I BOB. KIRISH. MIKROSKOPIK VA ELEKTRON MIKROSKOPIK TAHLIL USULLARI.

1-§. Materiallar fizik kimyoviy tahlilining asosiy usullari. Elektromagnit nurlanish spektri

1.1. Fanga kirish. Fanning umumta'lim va mutaxassislik fanlari bilan bog'liqligi. Fanni bakalavr tayyorlashdagi o'rni.

Fizik-kimyoviy tahlil bu - tayyor maxsulot olish uchun ishlab chiqarish jarayonlarida qo'llaniladigan usul va metodlar majmuini to'la ta'minlovchi va shu bilan birga texnologik jarayonlarning turli bosqichlaridagi nazoratni ham o'z ichiga olgan kimyoviy, fizik-kimyoviy va fizikaviy usullar yig'indisi hisoblanadi.

Fizik-kimyoviy tahlilda shu kunga qadar insoniyatga ma'lum bo'lgan barcha asosiy analiz metodlari gruppasidan, masalan, kimyoviy (vazn, hajm, kalorimetrik, gaz xajmiy va boshqa), fizik-kimyoviy (elektrovazniy, potenstiometr, amperometrik, polyarografik, fotokolorimetrik, xromatografik va boshqa) va fizikaviy (rentgenospektral, alanga fotometriyasi, mass-spektroskopik, lyuminescent, neytron-aktivatsion, magnit kabi) analiz metodlaridan foydalaniladi.

Fizik-kimyoviy tahlil keyingi vaqtlarda fan va texnikaning turli sohalarida kimyoviy birikma, mineral, tuproq, qurilish materiallari, keramika, shisha va sitall xamda bog'lovchi materiallar xom ash'yolari va boshqalarni tekshirishda keng qo'llanmoqda. Ayniqsa sanoatda texnologik jarayonlar nazorati va materiallar analizida u juda ham qo'l kelmoqda.

Silikat va qiyin suyuqlanuvchi moddalar, tabiiy va sun'iy minerallar hamda kimyoviy birikmalarning strukturalari, fazoviy tarkiblari, mikrotuzilishi, issiqlik ta'sirida strukturalarini o'zgartirishlari fizik-kimyoviy tekshirishlar orqali aniqlanadi. Silikat moddalari asosida olingan barcha mahsulot turi, masalan sement kukuni, keramika buyumi, shisha va turli turdagi elektron materillari (sement, shifer, gips, ohak, g'isht, olovbardosh buyum, samarador g'isht, koshin, quvur, deraza oyna, shishakristall, dielektrik, o'tkazgich va boshqalar) ning struktura va xossalari ham fizik-kimyoviy usulda tekshirish orqali amalga oshiriladi.

Tekshirilayotgan modda yoki mineralni chuqur tahlil etishda faqat bir yoki ikki parametr ma'lumotlari bo'yicha cheklanib qolmasdan,

balki uni kompleks ravishda tahlil etish lozim. Olingan natijalar bir-birini to'ldirib, tekshirilayotgan ob'ekt haqida to'liq bir xulosa chiqarishga imkon beradi.

Fanning asosiy vazifasi fizik-kimyoviy tahlilning asosiy usullarini talabalarga singdirishdan iborat. Buning uchun tekshirilayotgan modda yoki mineralning namunalari to'g'ri tayyorlash, qo'llanilayotgan usul talablarini to'g'ri bajarish lozim.

An'anaviy va yangi materiallar, yangi texnologiyalar barpo etishda, qaytadan barpo etilgan texnologik jarayonda tajriba ishlarni bajarishda tegishli tahlillarni qo'llash, ilmiy-tadqiqot ishlarni bajarish bo'yicha talabalar mahoratini oshirish va ishlatiladigan xom ashyolar hamda olinadigan materiallar va mahsulotlarning kimyoviy-mineralogik tarkibi, xossalari va ularning xususiyatlarini aniqlash, tahlil qilish, shuningdek patent izlash, adabiyotlardagi ma'lumotlarni to'plash, o'rganish va boshqalar ham fanining asosiy vazifalari qatoriga kiradi.

Ilmiy tahlilni sanoatda qo'llash orqali ishlab chiqarilayotgan mahsulot sifati yaxshilanadi va tannarxining arzonlashishiga erishiladi.

1.2. Fizik-kimyoviy tahlilning asosiy usullari.

Kimyoviy modda, kamyob, nodir va tarqoq metallar, silikatlar va qiyin eriydigan nometall materiallar, tog' jinslari va ularga o'xshash sun'iy mahsulotlar juda xilma-xil va murakkab. Shuning uchun ularning xususiyatlari va tarkiblari ham turlichadir.

Fizik-kimyoviy tahlilning asosiy usullari qatoriga kiradi: mikroskopiya; elektron mikroskopiya; rentgenografiya; termografiya; spektroskopiya (shu jumladan, IQ va ultrabinafsha spektroskopiya); yadro magnit rezonansi (YaMR); elektron paramagnit rezonansi (EPR); elektronografiya; xromotografiya; magnetokimyo; izotropiya; kimyoviy tahlil; spektral tahlil va boshqa usullar.

Bunday materiallarni tekshirish usullari ham turlicha bo'lib, ularni ikkita katta gruppaga ajratish mumkin:

1. Kimyoviy tahlil usullari. Bu usullarga analitik kimyo fanida o'rganiladigan sifat va miqdoriy tahlil usullari kiradi. Kimyoviy tahlil usullari asosida kimyoviy jarajonlar davomidagi o'zgarishlarni (massa, miqdor, energiya, entalpiya, moddani holati va b. o'zgarishlari) o'rganish natijalari aks olgan. Kimyoviy tahlil usullari odatda ma'lum bir vaqtni, reaktivlar, kimyoviy asbob, uskunalar talab etadi.

2. Fizik-kimyoviy usullar (1-rasm). Bu usullar yordamida silikat materiallarining tarkibini mukammal o'rganish va ularning paydo bo'lishi, xossa-xususiyatlarini fizik-kimyoviy qonunlar nuqtai nazaridan talqin etish mumkin.

Hozirgi vaqtda mineralogik-geokimyoviy tekshirish usuli nomi bilan ataluvchi tadqiqotlarni o'tkazishda spektral, rentgen spektral va radiometrik analiz usullaridan foydalaniladi. Optika usullari ham bu guruhga kiradi. Bu gruppaga umumiy nomi kristallooptika deb ataluvchi immersion tahlil, metallografik tahlil, monokristallar tahlili kirgan bo'lib, ular mahsus optika asboblari - polyarizastion va metallografik mikroskoplar orqali olib boriladi. Bularga petrografiyaning petrokimyo, petrurgiya, petrofizika kabi soxalari kiradi. Petrokimyo usuli yordamida jins hosil qiluvchi elementlarning taqsimlanishi hisobga olinadi.

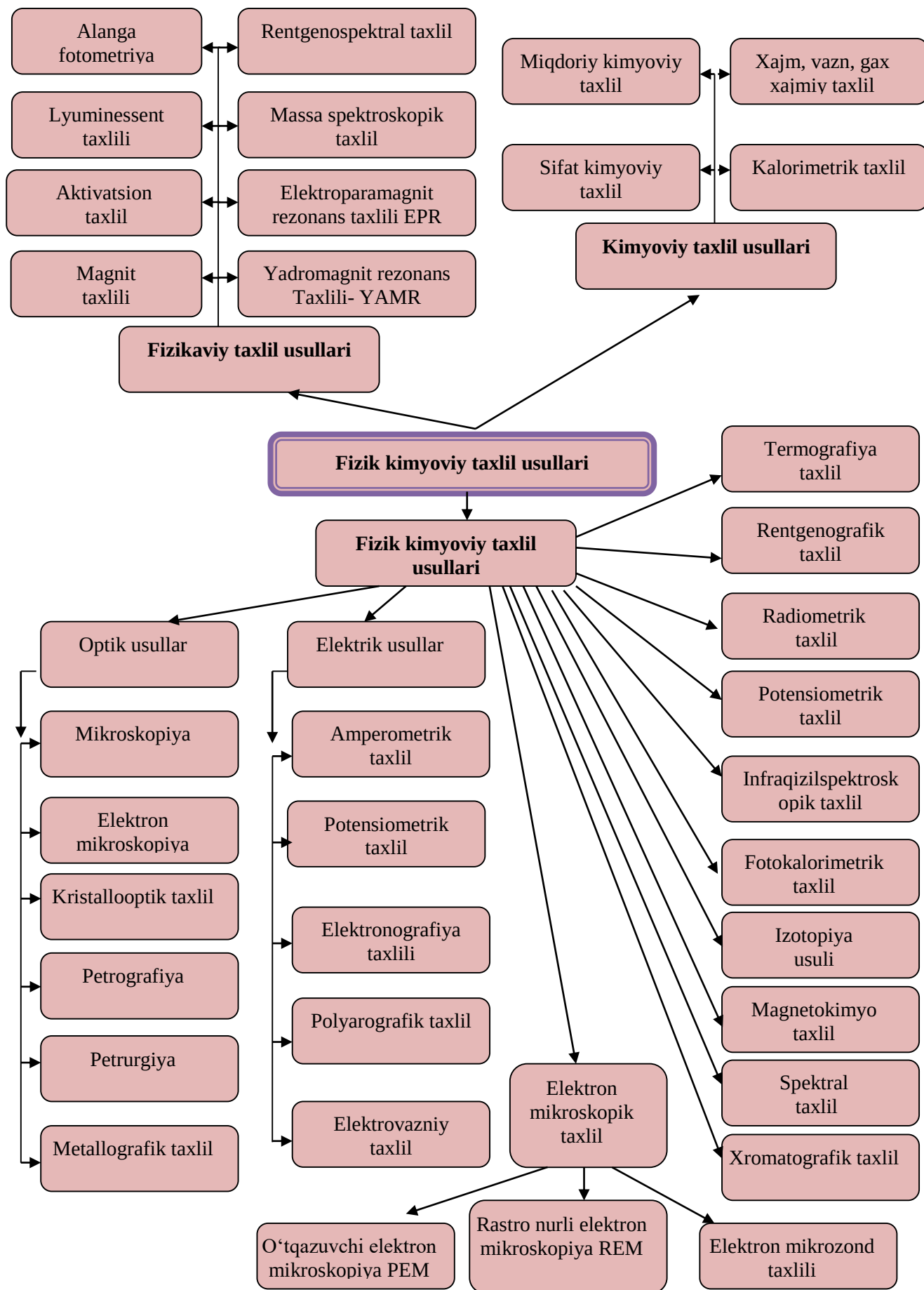
Mineralogik - geokimyo usulida esa jinslar tarkibiga kirgan tarqoq xolda va miqdori o'z bo'lgan minerallar aniqlanadi. Rentgen-elektron mikroanaliz metodi yordamida esa minerallarning tarkibi tez va sifatli aniqlanadi.

Petrurgiya usulida sun'iy mahsulotlar o'rganilib, ularning tabiiy minerallar genezisiga o'xshash-o'xshamasligi aniqlanadi. Petrofizika usullarida esa turdi apparatlar yordamida tektonik jarayonlar, ularning zichligi, elektr, issiqlik hamda seysmik to'lqinlarning o'tkazuv-chanligi kabi xususiyatlari o'rganiladi.

1.3. Elektromagnit nurlanish spektri.

Elektromagnit nurlanishni o'tqazish va yutilishini asosiy qonuniyatlari.

Fizik-kimyoviy tahlil usullarining deyarli barchasida moddalarning elektromagnit to'lqinlar bilan ta'sirlashuvi natijasida hosil bo'ladigan signal yoki turli fizikaviy parametrlarni o'zgarishini yozib o'lish va tahlil qilishga asoslangan.



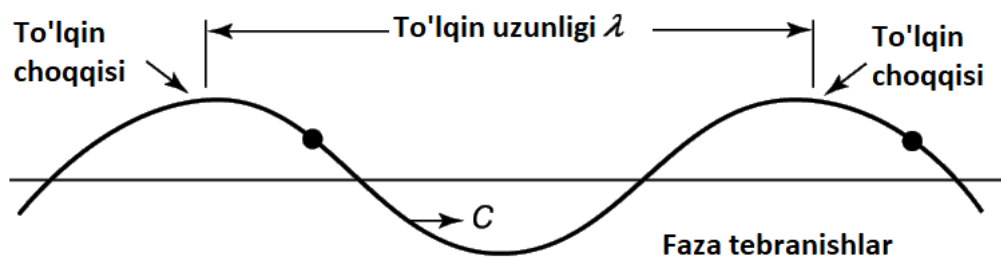
1 rasm. Zamonaviy fizik-kimyoviy tahlil usullari (Klaster).

Elektromagnit nurlanish yoki elektromagnit to'liqlar deb elektr va magnit maydonlarning fazoda tarqalishi tushiniladi. Elektromagnit nurlar - zaryadlangan zarrachalar, atom, molekulalar, antennalar va boshqa turli xil narsalar tomonidan chiqaradigan nurlanishdir. Elektromagnit to'liqlar to'liq uzunligiga qarab, gamma nurlar, rentgen, ultrabinafsha nurlanish, ko'rinadigan yorug'lik nurlari, infraqizil nurlanish, yuqori va past chastotali radioto'liqlarga ajralib turadi.

Barcha elektromagnit to'liqlarning umumiyligi elektromagnit nurlanishning doimiy spektrini hosil qiladi.

Elektromagnit to'liqlar bo'shliqda (vakuumda) tarqalish tezligi gamma nurlaridan past chastotali to'liqlarga qadar, barcha turdagi to'liqlar uchun bir xil va 300 000 km/sek tashkil etadi (Elektromagnit to'liq Oydan Yer yuzasigacha 1,255 soniya, Quyoshdan esa – 8,3 daqiqada etib keladi). Ammo bir vaqt birligida tebranishlar soni (ya'ni, chastota f) juda keng diapazonda o'zgarib turadi: past chastotali elektromagnit to'liqlar uchun sekundiga bir necha tebranishdan tortib rentgen va gamma nurlanishida sekundiga 10^{20} tebranishgacha.

To'liq uzunligi (ya'ni, qo'shni to'liq tepalari orasidagi masofa; 2-rasm) $\lambda = c / f$ ifodasi bilan berilgan, u ham keng diapazonda o'zgarib turadi - past chastotali tebranishlar uchun bir necha ming kilometrdan rentgen va gamma nurlar uchun 10^{-14} m gacha tashkil etadi. Shuning uchun elektromagnit to'liqlarning materiya bilan o'zaro ta'siri ularning to'liq uzunligiga qarab keskin farq qiladi. Elektromagnit to'liqlar suv to'liqlaridan sezilarli darajada farq qiladi va ular vakuum yoki yulduzlararo kosmos orqali manbadan qabul qiluvchiga uzatilishi mumkin. Masalan, vakuum naychasida paydo bo'ladigan rentgen nurlari undan uzoqda joylashgan foto qog'ozga ta'sir qiladi, qopqoq ostidagi qo'ng'iroq tovushi esa qopqoq ostidan havo chiqarilsa eshitilmaydi. Ko'z Quyoshdan keladigan yorug'lik nurlarini sezadi va Yerda joylashgan antenna millionlab kilometr masofadagi kosmik kemadan radio signallarni qabul qiladi. Shunday qilib, elektro magnit to'liqlar tarqalishi uchun suv yoki havo kabi hech qanday muhit kerak emas.



2-rasm. To'lqinning asosiy korsatkichlari.

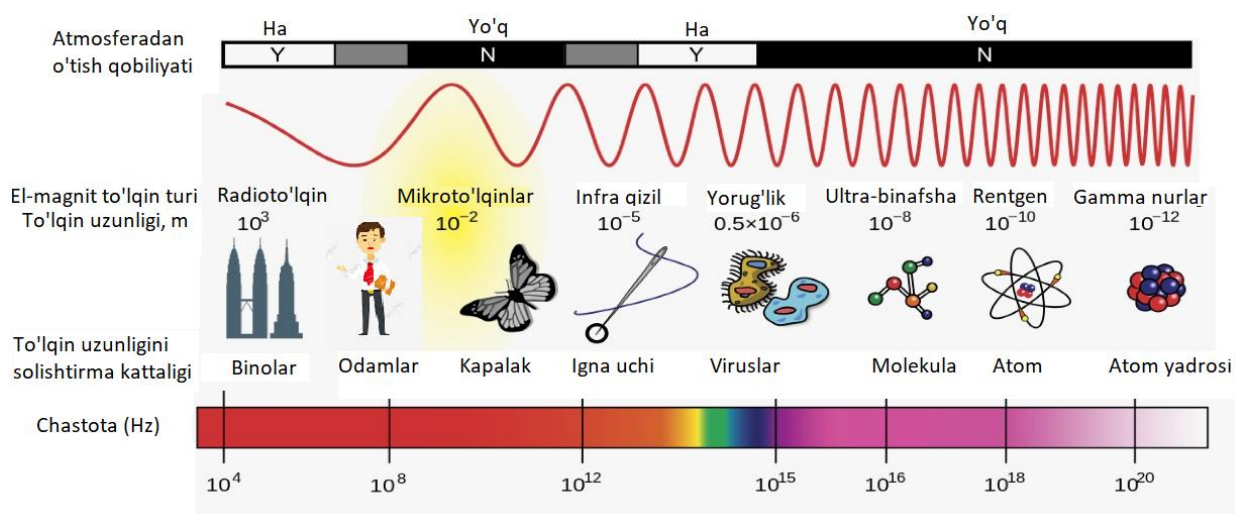
Elektromagnit nurlanish 1 sekundiga to'liq tebranishlar sikllari sonini - tebranishlar chastotasi (f), hamda to'lqin uzunligi (λ) - bitta tebranish davomida radiatsiya tarqaladigan masofa (bitta tebranish davri uchun) bilan tavsiflanadi.

Elektromagnit nurlar tebranish chastotasi (f), to'lqin uzunligi (λ) va nurning tarqalish tezligi (c) o'zaro bog'liqdir:

$$c = f \cdot \lambda$$



Turli xil nurlanishning inson tanasiga ta'siri ham har xil (3-rasm): gamma va rentgen nurlari unan to'liq o'tadi va to'qimalarga zarar etkazadi, ko'zga ko'rinadigan yorug'lik ko'zda vizual sezishni keltirib chiqaradi, infraqizil nurlanish, inson tanasiga tushganda uni qizdiradi, radioto'lqinlar va past chastotali elektromagnit to'lqinlarni esa inson tanasi his qilmaydi.



3-rasm. Elektr-magnit to'lqinlar turlari, ularning to'lqin uzunligi va chastotalari.

Masalan, radioto‘lqinning to‘lqin uzunligi 100 m tashkil etgan holda, uning tarqalish chastotasi quyidagi formula boyicha hisoblanadi:

$$f = \frac{c}{\lambda} = \frac{3 \cdot 10^8}{100} = 3 \cdot 10^6 \text{ Hz} = 3 \text{ MHz}$$

Elektr-magnit nurlanish tezlanish bilan harakatlanayotgan elektr zaryadlari bilan qo‘zg‘atiladi. Nurlanish manbalarining ikkita asosiy turi mavjud:

- ✓ “**Mikroskopik**” manbalarda atom yoki molekuladagi zaryadlangan zarrachalarlar bir energiya pog‘onasidan yuqori pog‘onaga o‘tadi (natijada gamma, rentgen, ultrabinafsha, yo‘rug‘lik va infraqizil nurlar hosil bo‘ladi);
- ✓ “**Makroskopik**” manbalar esa elektr o‘tkazgichlarning bog‘lanmagan elektronlarini sinxron davriy tebranishlari natijasida hosil bo‘ladi.

Mavzu boyicha savollar va mustaqil ishlash uchun vazifalar:

1. Sizning fikringiz bo‘yicha “Fizik kimyoviy tahlil usullari” fani ishlab chiqarish korxonalarida kerakmi?
2. Kimyoviy va fizik-kimyoviy tahlil usullarini imkoniyatlari, afzallik va kamchiliklarini solishtiring (Venn diagrammasi yordamida).
3. Fizik-kimyoviy tahlil usullari mavzusiga SWOT tahlilini keltiring.
4. Jadvalda keltirilgan to‘lqin uzunligiga ega bo‘lgan elektromagnit nurlanish turini aniqlang va jadvalni to‘ldiring.

To‘lqin uzunligi 400÷760 nm	To‘lqin uzunligi 0,005÷10 nm	To‘lqin uzunligi 10÷400 nm	To‘lqin uzunligi 1 mm÷1 m	To‘lqin uzunligi 760 nm÷1 mm	To‘lqin uzunligi < 5 pm

5. Radioto'lqinlar to'lqin uzunligi 25 m tashkil etgan holda, tebranishlar chastotasini aniqlang.

6. Rentgen nurlari to'lqin uzunligi 7 nm tashkil etgan holda, to'lqin tebranishlar chastotasini aniqlang.

7. Ultrabinafsha nurlari to'lqin uzunligi 100 nm tashkil etgan holda, uning tebranishlar chastotasini hisoblang.

Mavzuga oid testlar

To'g'ri javobni toping.

1. Fizik kimyoviy taxlil usullari - bu:

- A. Xom ashyo va materiallarni tarkibi, tuzilishi va strukturasi o'rganishda qo'llaniladigan usullar.
- B. Silikat materiallarni ishlab chikarish texnologiyalarini o'rganuvchi usullar.
- C. Uskuna va apparatlarni tuzilishini o'rganuvchi usullar.
- D. Silikat materiallar texnologiyasi asosiy jarayonlarini o'rganuvchi usullar.
- E. Materiallarni qizdirilganda sodir bo'ladigan jarayonlarni o'rganadi.

2. Fizik-kimyoviy taxlilning zamonaviy usullarida ikki muxit:

- A. Suyuq va qattiq muxit o'rtasidagi muloqotni o'rganiladi.
- B. Nur bilan kimyoviy modda (material) o'rtasidagi muloqotni o'rganiladi.
- C. Kolloid va qattiq muxit o'rtasidagi muloqotni o'rganiladi.
- D. Ikki material o'rtasidagi muloqotni o'rganiladi.
- E. Ikkita kolloid sistemalarni orasidagi fazaviy muvozanatlar o'rganiladi.

3. Yorug'lik nurlarini to'lqin uzunliklari:

- A. 1000 mikron
- B. 0,76 mikron - 1000 mikron.
- C. 0,40 mikron - 0,76 mikron
- D. 0,1-0,3 mikron 1-100 mikron.
- E. 1-100 mikron

4. Yorug'lik nurlarining spektri:

- A. Infraqizil nurlari.
- B. Qizil, sariq, havorang, yashil, ko'k, binafsha nurlar.

- C. Ultra-binafsha nurlari.
 - D. Gamma va betta nurlari.
 - E. Qizil va sariq spektrlar.
- 5. Nur sindirish kursatkichini aniqlashda qanday usuldan foydalaniladi?**
- A. Termik taxlil.
 - B. IQ spektroskopik taxlil.
 - C. Mikroskopik taxlil.
 - D. Polyarografik taxlil.
 - E. Derivatografik taxlil
- 6. Elektromagnit nurlarning asosiy ko'rsatkichi:**
- A. To'lqin uzunligi.
 - B. To'lqinning to'g'riligi
 - C. To'lqinning suvda tarqalish tezligi.
 - D. To'lqinning havoda tarqalish tezligi.
 - E. To'lqinning balandligi.
- 7. Mikroskopik taxlilning immersion usulida aniqlanadigan xususiyat:**
- A. Mineralning zichligi.
 - B. Mineralning polyarizatsiyasi.
 - C. Mineralning erish harorati.
 - D. Mineralning nur sindirish ko'rsatkichi.
 - E. Mineralning polyarizatsiyasi.
- 8. Nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash uchun asosiy formula:**
- A. Nurning sinish burchagini qaytish nuriga nisbatiga teng.
 - B. Nur sindirish ko'rsatkichi birinchi va ikkinchi muxitlardagi yorug'lik tezliklarining ko'paytirmasiga teng.
 - C. Nur sindirish ko'rsatkichi birinchi va ikkinchi muxitlardagi yorug'lik tezliklarining summasiga teng.
 - D. Qattik va suyuq fazadagi yorug'lik tezliklariga teng.
 - E. Nur sindirish ko'rsatkichi birinchi va ikkinchi muxitlardagi yorug'lik tezliklarining nisbatiga teng.
- 9. Yorug'lik nurlarini tushunchasi va to'lqin uzunliklari:**
- A. Oq nurlar, to'lqin uzunliklari 0,1-0,5 mikron.
 - B. Oq nurlar, to'lqin uzunliklari 1000 mikron.
 - C. Oq nurlar, to'lqin uzunliklari 0,76 mikron - 1000 mikron.
 - D. Murakkab tarkibli "Oq nurlar", to'lqin uzunliklari 0,40 mikron - 0,76 mikron.

E. Rangli nurlari, to'liqin uzunliklari 1-10 mikron.

10. Rentgen nurlari

- A. To'liqin uzunligi 400-760 nm
- B. To'liqin uzunligi 0,005-10 nm
- C. To'liqin uzunligi 10-400 nm
- D. To'liqin uzunligi 1 mm- 1 m
- E. To'liqin uzunligi 760 nm- 1 mm

11. Ultrabinafsha nurlar

- A. To'liqin uzunligi 400-760 nm
- B. To'liqin uzunligi 0,005-10 nm
- C. To'liqin uzunligi 10-400 nm
- D. To'liqin uzunligi 1 mm- 1 m
- E. To'liqin uzunligi 760 nm- 1 mm

12. Elektromagnit nurlanishning doimiy spektri – bu:

- A. Barcha elektromagnit to'liqlarning umumiyli
- B. Uzun va qisqa nirlar
- C. Rentgen, ultrabinafsha va infraqizil nurlar
- D. Rentgen nurlari
- E. Yorug'lik nurlari

13. Elektromagnit to'liqlar tushunchasi?

- A. Elektr va magnit maydonlarning fazoda tarqalishi
- B. Magnit nurlar to'plami
- C. Elektr nurlar to'plami
- D. Elektron nurlar to'plami
- E. Elektrik nurlar to'plami

14. Elektromagnit nurlar – bu?

- A. Maydalangan moddalar tomonidan chiqaradigan nurlanishdir
- B. Zaryadlangan zarrachalar, atom, molekula, antennalar tomonidan chiqaradigan nurlanishdir
- C. Moddalarni maydalash vaqtida chiqaradigan nurlanishdir
- D. Moddalarga elektr tok ta'sir etishda chiqaradigan nurlanishdir
- E. Moddalar sovutish jarayonida chiqaradigan nurlanish

15. Elektromagnit to'liqlar asosiy parametrlari

- A. Tebranishlar chastotasi (f) va to'liqin uzunligi (λ).
- B. Tebranishlar chastotasi (f) va issiqligi (Q).
- C. Tebranishlar chastotasi (f) va issiqlik esig'imi (E).
- D. To'liqin kengligi va uzunligi
- E. To'liqin balandligi va uzunligi

16. Elektromagnit to'liqning tebranishlar chastotasi (f) - bu

- A. Bir tebranish davomida nur tarqaladigan masofa
- B. Elektromagnit to'liqning vaqt davomida uzunligi
- C. To'liq tebranishining yarim davriy vaqti
- D. 1 sekundiga to'liq tebranishlar sikllari soni.
- E. Elektromagnit to'liqning uzunligi

17. To'liq uzunligi (l)

- A. Bir tebranish davomida nur tarqaladigan masofa
- B. Elektromagnit to'liqning vaqt davomida uzunligi
- C. To'liq tebranishining yarim davriy vaqti
- D. 1 sekundiga to'liq tebranishlar sikllari soni.
- E. To'liq tebranishlar sikllari soni

18. Petrokimyo usuli yordamida nima o'rganiladi?

- A. Jins hosil qiluvchi elementlarning taqsimlanishi o'rganiladi
- B. Kimyoviy jarayonlarning termik effektlari o'rganiladi
- C. Fizikaviy jarayonlarning termik effektlari o'rganiladi
- D. Jins hosil qiluvchi minerallarning elektr hossalari o'rganiladi
- E. Jins hosil qiluvchi minerallarning dielektrik hossalari o'rganiladi

19. Petrofizika fani nimani o'rganadi?

- A. Jins hosil qiluvchi elementlarning taqsimlanishi o'rganiladi
- B. Turli apparatlar yordamida tektonik prestesslar, jinslarning zichligi, elektr, issiqlik hamda seysmik to'liqlarning o'tkazuvchanligi o'rganiladi
- C. Kimyoviy jarayonlarning termik effektlari o'rganiladi
- D. Jins hosil qiluvchi minerallarning elektr hossalari o'rganiladi
- E. Jins hosil qiluvchi minerallarning dielektrik hossalari o'rganiladi

20. Elektromagnit to'liqlarning bo'shliqda (vakuumda) tarqalish tezligi?

- A. Barcha turdagi elektromagnit to'liqlar uchun bir xil -300 000 km/sek
- B. Hamma elektromagnit to'liqlar uchun bir xil - 1 km/sek
- C. Rengen nurlari uchun-300 000 km/sek, qolganlari - 1 km/sek
- D. Gamma nurlar uchun-300 000 km/sek, qolganlari - 1 km/sek
- E. Gamma va rengen nurlar uchun-300 000 km/sek, qolganlari - 1 km/sek

2-§. Mikroskopik tahlil usullari. Kristalloptik, immersiya va metalgrafik tahlillar.

2.1. Mikroskopik tahlil usulining ahamiyati va rivoji.

Noorganik moddalar kimyosi va texnologiyasida kimyoviy moddalarning xossalari va sifatini o'rganishda keng qo'llaniladigan qadimiy usul mikroskopik usuldir. Mikroskopik usul ilmiy-tekshirish ishlari olib borishda mikroskopni qo'llash va mikroskopik preparatlar yordamida juda kichik, mayda, faqat mikroskop bilangina ko'rinadigan zararchalarning spetsifik xossa-xususiyatlarini aniqlashga qaratilgan usuldir. U aniq kimyoviy metodlardan foydalanib, juda oz miqdordagi moddalarni analiz qilish imkonini beradi.

Mikroskopiya usuli optika qonunlariga asoslangan bo'lib, u haqidagi ilk ma'lumotlar Miloddan avval IV-II asrlarda yashagan Aristotel, Evklid va Ptolemey asarlarida uchraydi. Kattalashtiruvchi shisha yoki lupani esa bu usul-ning eng birlamchi va o'ta sodda asbobi deb qarash mumkin.

Miloddan avval XI asrida yashagan va Evropada Alxazen nomi bilan atalgan arab olimi Ibn Al-Xaytan, XIII asrda tadqiqotlar olib borgan Rodjer Bekon, XVI asr boshida yashagan italiyalik rassom Leonardo da Vinchi fotometriya nazariyasi va amaliyotiga asos solishdi.

Optika asboblari kashf etish va yasash esa XVII asr boshlariga to'g'ri keladi. Jumladan, 1609 yil italiyalik olim **Galileo Galilei** tomonidan kattalashtiruvchi truba - durbin, keyinchalik- mikroskop yaratildi. Galilei taklif etgan konstruksiya zamonaviy mikroskoplarda ham foydalanilmoqda. 1611 yil nemis olimi Iogann Kepler tomonidan teleskop, 1638 yil U. Gaskoyn tomonidan okulyarli mikrometr yaratildi.

Mayda ob'ektlarni ko'rsatuvchi ma'nosini anglatuvchi "**mikroskop**" termini hayotga 1646 yil nemis olimi A. Kirxer va polyak astronomi I. Gaveliya tomonidan tadbiiq etildi. Ammo mikroskopiya usulining "otasi" sifatida butun dunyoda gollandiyalik A. Levenguk va angliyalik tadqiqotchi R. Guk hisoblanadi. A. Levenguk o'z qo'li bilan yasagan mikroskop orqali insoniyat tarixining olamshumul ixtirosini yaratadi. U suv tomchilarida shu davrgacha ma'lum bo'lmagan jonli modda mikroblar borligini aniqlab, yangi fan "**mikro-biologiya**" ga

asos soldi. Uning tadqiqotlari fransuz olimi L.Pastor tomonidan davom ettirildi va natijada turli kasalliklarning paydo bo'lishi va tarqalishida mikroblar asosiy sababchi ekanligi isbotlab berildi. Guk esa o'zi yaratgan nurli mikroskop orqali o'simlik va xayvonlarning xujayrali tuzilishga ega ekanligini kashf etdi. Umuman olganda yuz yilcha davom etgan bu davrda mikroskopdan kengroq foydalanildi.

XVIII asr boshlariga kelib mikroskop orqali kristallar dunyosining tuzilishi o'rgana boshlandi, natijada O'rta Osiyo xalqlaridan chiqqan xorazmlik buyuk olim, matematik va astronom **Beruniy (972-1048) ning "Qimmatbaxo toshlar"**, buxorolik **Abu Ali ibn Sino (980-1037) ning "Toshlar haqidagi traktat"** va boshqa olimlar asarlarida keltirilgan minerallar tavsifi tasdiq topdi.

Daniyalik olim Erazm Bartolin 1669 yil yorug'lik nurini sindirish ko'rsatgichi kristallarda ikkita bo'lishi mumkinligi, fransuz muxandisi Eten Malyus 1808 yil nurning qutblanishi, inglizlik fizik Uilyam Nikol qutblanuvchi prizma, inglizlik olim Devid Bryuster o'z nomi bilan ataluvchi burchaklarga oid qonunni kashf etib, mikroskopiya usuli nazariyasi va asboblari takomillashtirishga salmoqli xissa qo'shdilar. Daniyalik olim E.Bartolin tomonidan nurni polarizastiyaga uchrashi kashfiyot etilganidan ikki asr keyin, ya'ni 1850 yili inglizlik optik G.Sorbi nurli mikroskopda polarizastion nurni ishlatish mumkinligini aniqladi. Shu bilan nurli mikroskop imkoniyatlari juda kengaydi.

Mikroskopik usul ilmiy-tekshirish ishlari olib borishda mikroskopni qo'llash va mikroskopik preparatlar yordamida juda kichik, mayda, faqat mikroskop bilangina ko'rinadigan zararchalarning maxsus optik xossa-xususiyatlarini aniqlashga qaratilgan usuldir.



U aniq kimyoviy metodlardan foydalanib, juda oz miqdordagi moddalarni analiz qilish imkonini beradi.

"Mikroskop" termini - mayda ob'ektlarni ko'rsatuvchi ma'nosini anglatadi.

Mikroskopik tahlilning takomillashishi kristallografiyaning rivoj topishiga olib keldi. 1669 yili daniyalik olim N.Stensen tomonidan kristallarda tegishli burchaklarning doimiyliligi, 1783 yili esa fransuz Rene Jyust Gayyui kristallar tuzilishining umumiy nazariyasi, 1813 yili inglizlik kimyogar V.Vollaston kristall panjarasi tushunchasini yaratdilar. Bu tushunchaning rivojlanishi tufayli 1866 yili fransuz

olimi O.Brave kristallar dunyosida 14 elementar yacheykalarning mavjudligini aniqlandi. I.Gessel tadqiqotlari tufayli 1831 yilda kristallarning 32 simmetriyasi, 1891 yili esa rus olimi E.S. Fedorov va nemes matematigi A.Shenflis tomonidan 230 xil simmetriyaning fazoviy guruhlari borligi tasdiqlandi.

2.2. Kristallooptika tahlil usuli.

Tabiiy va sun'iy kimyoviy birikmalar, xom-ash'yo, material va buyumlar, mineral va kompozitsiyalarning optik ko'rsatgichlarini ularning kristall shakllari, tarkibi va simmetriya qonuniyatlari bog'liq xolda o'rganuvchi **fan sohasi kristallooptika deb** ataladi. Bu soha fizika, kristallografiya va mineralogiya fanlari bilan bog'liqdir.

Kristallooptik usul mikroskop ostida qattiq moddalarni, xususan tog 'jinslarini polarizatsiyalangan nurda o'rganishga asoslangan. 19-asr o'rtalarida polyarizatsion (qutblanuvchi) mikroskopning yaratilishi va uning "Petrologiya" fanida qo'llanilishi XX asr davomida ilm-fan taraqqiyotini ta'minlab berdi. Polarizatsiya mikroskopidan foydalanish samaradorligi kristallarning asosiy qismi polarizatsiya xususiyatlariga egaligi bilan bog'liq. Barcha minerallar, kristallik moddalar (kub singoniyasida kristallanadigan minerallardan tashqari) - tabiiy polarizator hisoblanadi.

Kristallooptikada kristall tuzilishiga ega bo'lgan silikatlar va qiyin eriydigan materiallardan nur to'liqlarining o'tishi va qutblanish xodisalari o'rganiladi. Unda tadqiqotlar nur va uning turli sharoitda tarqalishini kuzatish va tegishli xulosa chiqarish orqali olib boriladi.

Kristallooptik tadqiqot usulini yaratish yili - 1858 yil deb hisoblanishi mumkin, bu nafaqat birinchi polarizatsion mikroskopni qurish yili, hamda Kanada balzami yordamida ingichka shliflar tayyorlash usuli ixtiro qilingan yil, balki Henrix Sorbi tomonidan shaffof tog' minerallarining optik xususiyatlariga bag'ishlangan monografiya nashr etilgan yildir.

Nur to'liqlari elektromagnit to'liqlari guruhiga kiradi va birmuncha qisqaligi bilan farqlanadi. Inson uzunligi 400-760 nm ga teng bo'lgan nur to'liqlariningina ko'ra oladi. **Elektromagnit to'liqlari elektr ($E-E_1$) va magnit ($M-M_1$) to'liqlaridan iborat.** Bu to'liqlar bir-biriga va shu bilan birga yorug'lik energiyasining tarqalish yo'nalishiga perpendikulyardir. Mana shu yorug'lik

energiyasi tarqaladigan yo'nalish nur deb ataladi (2-rasm). Kristallooptika usulida nur tarqalishini kuzatish orqali olib boriladi.

Kristall optikada yorug'lik nurlanayotgan jismdan har tomonga tarqaladigan nurli energiya shakllaridan biri hisoblanadi. Bo'shliqda (vakuumda) yorug'lik tezligi $\sim 300\,000\text{ km/s}$ teng. Boshqa har qanday muhitda yorug'lik tezligi kamroq bo'ladi va barcha moddalarning nur sindirish ko'rsatkichi nisbiy qiymatlarini birdan yuqoriligini ifodalaydi.

2.3. Yorug'lik nurlari

Yorug'lik nurlari ikki hil tabiatga ega. Bir tomondan, yorug'lik nurlari - bu ma'lum bir energiya va momentga ega zarrachalar (fotonlar)ning doimiy oqimi, boshqa tomondan - bu elektromagnit to'lqin (tebranish) hisoblanadi. Bu hodisa Sizga fizika fanidan tanish bo'lib, nurning korpuskulyar-to'lqin nazariyasi deb ataladi. Ba'zi bir hodisalarda, masalan, lyuminestsensiyada yorug'likning foton nurlari kabi xususiyatlari muhim bo'lib, boshqalarida (interferensiya, ikkilanib sinish, nur sindirish va qaytarish) yorug'likning to'lqinli tabiati aniq namoyon bo'ladi.

Yorug'lik nurlari - barcha elektromagnit to'lqin singari, tebranishlar davri, chastota, amplituda, faza va to'lqin uzunligi bilan tavsiflanadi.

Yorug'lik nurlari to'lqin uzunligi - 400 -760 nm.



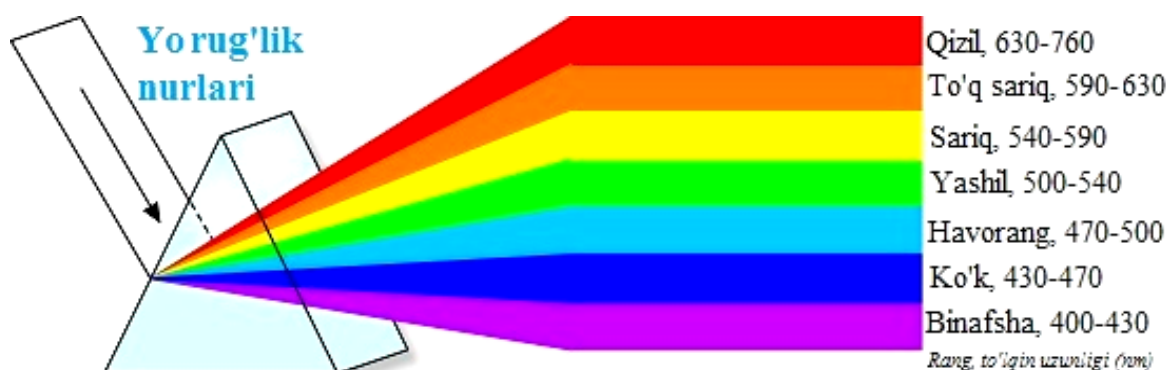
To'lqin uzunligi va chastotasi o'rtasidagi bog'liqlik 1-jadvalda keltirilgan.

To'lqin uzunligi 380 nm dan qisqaroq bo'lganda ko'zga ko'rinmas ultrabinafsha nurlari, yanada qisqaroq to'lqin uzunligida rentgen nurlariga o'tadi. To'lqin uzunligi 780 nm dan oshadigan yorug'lik nurlari ko'zga ko'rinmas infraqizil nurlarini xarakterlaydi va uzoq to'lqin uzunliklari radio to'lqinlar deb ataladi.

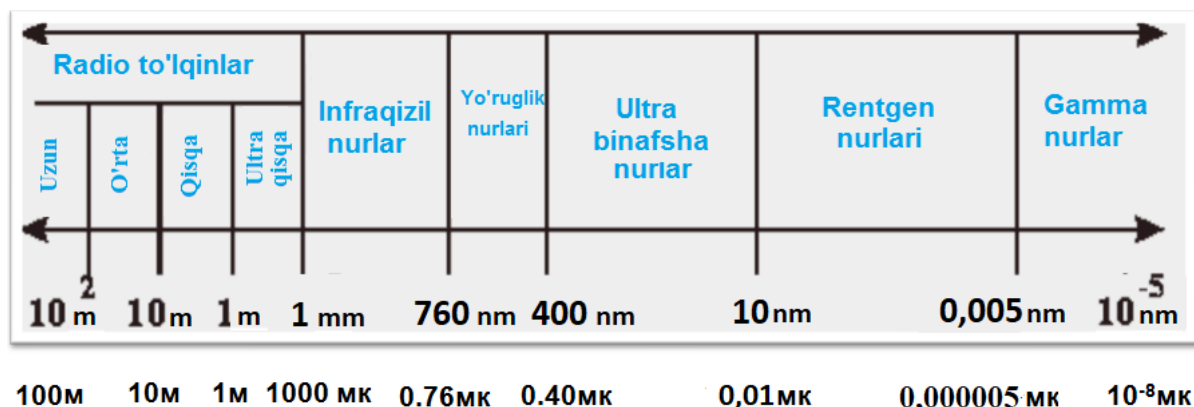
1 jadval. Elektromagnit to'liqin uzunligi, chastotasi va proton energiyasi o'rtasidagi bog'liqlik

Nomi	To'liqin uzunligi	Chastota (Hz)	Photon Energiyasi (eV)
Gamma nurlar	0.01 nm dan kichik	10 Ehz dan katta	124 keV – 300+ GeV
Rentgen (X-Ray) nurlari	0.01 nm - 10 nm	30 EHz – 30 PHz	124 eV - 124 keV
Ultrabinafsha nurlari (UV)	10 nm - 380 nm	30 PHz – 790 THz	3.3 eV to 124 eV
Oq yorug'lik nurlari	380 nm - 750 nm	790 THz – 405 THz	1.7 eV - 3.3 eV
Infraqizil (IR) nurlari	750 nm - 1 mm	405 THz - 300 GHz	1.24 meV - 1.7 eV
Micro to'liqinlar	1 mm - 1 metr	300 GHz - 300 MHz	1.24 μ eV - 1.24 meV
Radio to'liqinlar	1 mm - 100,000 km	300 GHz – 3 Hz	12.4 feV - 1.24 meV

Oq yorug'lik nuri - bu har hil uzunlikga ega to'liqinlar aralashmasi, spektr ranglari 1- rasmda keltirilgan (4-5 rasm):



4-rasm. Yo'rug'lik nurlanish dispersiyasi (parchalanishi).



5-rasm. Elektromagnit to'liqlar shkalasi.

2.4. Oddiy va qutblangan yorug'lik nurlari

Oddiy yoki tabiiy yorug'lik nurlari - quyosh yoki issiq qattiq jismdan tarqaluvchi nurlar har bir vaqt daqiqasida elektr va magnit vektorlar tebranishi bilan tavsiflanadi. Shu bilan birga, vektorlarning aylanish harakati va aylanish harakati doimiy tebranish tezligi bilan sodir bo'ladi.

Polarizatsiyalangan (qutblangan) yorug'lik nurlari - bu yorug'lik nurlari tarqalishiga perpendikulyar bo'lgan tekislikda tebranayotgan nur to'liqlari.

Atrof muhitda oddiy yoki tabiiy yorug'lik ustunlik qiladi. Shu bilan birga, ba'zida **qutblangan** nurlarni ham ko'rish mumkin - masalan, shishadan qaydan, stolning silliq yuzasi yoki suv yuzasidan qaytdan nurlar holida.

"Polarizatsiyalangan yorug'lik" atamasi 1808 yilda frantsuz muhandisi va fizigi Etyen Lui Mamoy tomonidan kristall-optik tadqiqotlar nazariyasi va amaliyotiga kiritildi. Bu olim tomonidan yorug'lik nurini shishadan qaytgan va island shpati orqali o'tganda polyarizatsiyasi ilk kashf etiladi. Etyen Mamoy kristalga kirgan oddiy, tarqoq nur unda ikki o'zaro perpendikulyar yo'nalishda tarqalishini va shu yo'nalishda qutblanganligini ko'rsatgan.

Yorug'lik nurini polarizatsiyasi simmetriyasi o'rta va past kategoriyalari kristallarda faqat sodir bo'ladi. Yuqori simmetriya toifasidagi (kubik singoniya) kristallarda barcha geometrik parametrlari bir xil bo'lganligi sababli, ular barcha yo'nalishda bir xil optik xususiyatlarga egadir. Bu moddalar **izotrop moddalar** deb ataladi va ularda qutblanish hodisasi namoyon bo'lmaydi.

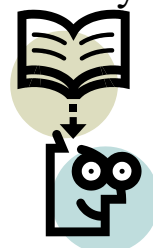
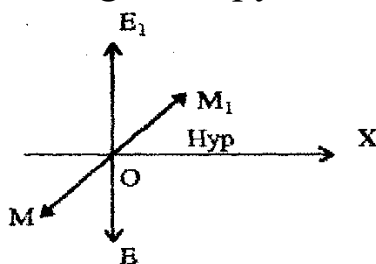
Kristall panjarasi teng parametrlarga ega bo'lmagan moddalar va kristallar elektromagnit to'liqlarni har hil yo'nalishda turlicha

o'tkazish qobiliyatiga ega, ular yorug'lik nurlarining polarizatorlari sifatida qo'llaniladi. Bu moddalarga simmetriysi o'rta va past kategoriyalari **anizotrop** kristallar kiradi.

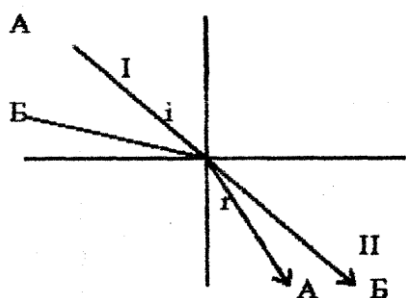
Polarizatsiya qiluvchi moddalarni o'rganish uchun polarizatsiyalangan yorug'lik beradigan qurilma Uilyam Nikol tomonidan kashf etilgan. "Nikol prizmasi" deb ataladigan qurilmani yaratilishi mikroskopik tahlilni kristallar tuzilishini o'rganishga ulkan imkoniyatlarini yaratib berdi.

Mikroskopik tahlilda nurning minerallardan o'tish va sinish hodisasi katta ahamiyatga ega. Bular orqali quyidagi xususiyatlar aniqlanadi:

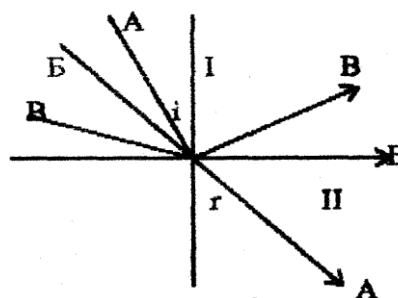
1. Nur sindirilishi va sindirilish ko'rsatgichi- N_g , N_m va N_p ;
2. Nurni ikkilanib sindirish kuchi – $(N_g - N_p)$ yoki ΔN ;
3. Nur polarizatsiyasi – bir tekis polarizatsiyalangan nurlarni hosil qiluvchi va mikroskopik stolchasi ostadagi polarizator orqali bajariladi;
4. Nur interferentsiyasi – interferentsion ranglarning paydo bo'lishi;
5. Nisbiy miqdorni aniqlash – okulyar setka va integratsion stolcha orqali;
6. Kimyoviy birikma va minerallar reliefi – Bekke chizig'i;
7. Pleoxroizm – moddaning yutish (absorbtsiyalash) qobiliyatlari;
8. Mineral o'qlari – N_g va N_p o'qlari;
9. Moddalarning uzayish belgisi – musbat va manfiy uzatish;
10. So'nish burchagi – to'g'ri va qiya sinish va boshqa xususiyatlar.



6-rasm. Nur va elektromagnit to'lqinlarining yo'nalishi.
 E - E_1 – elektr to'lqinlari va M - M_1 – magnit to'lqinlari



7-rasm. A va B nurlarining kam-zich muxitdan zich muxitga o'tishidagi sinishi. Burchak $i > r$, $v_1 > v_2$ va $n_1 < n_2$.



8-rasm. A, B va V nurlarining zich muxitdan kamzich muxitga o'tishida-gi sinishi va qay-tarilishi. Burchak $i < r$, $v_1 < v_2$ va $n_1 > n_2$.

2.5. Tahlilda aniqlanadigan asosiy xususiyatlar.

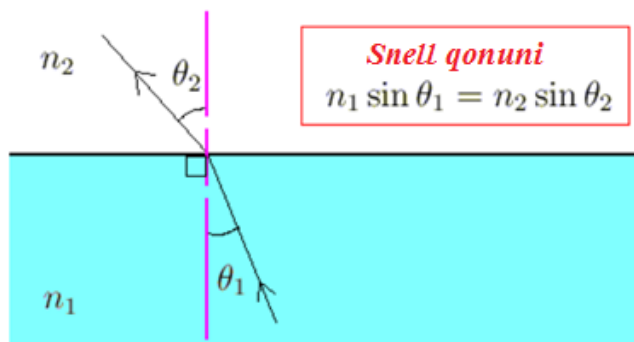
1. Nur sindirish ko'rsatkichi (n yoki N) (6-8 rasm). Nur sindirish ko'rsatkichi Snell va Nyuton tekshirishlari bo'yicha nur tushish burchagi sinusining nur sinish burchagi sinusi nisbatiga aytiladi. U birinchi muxitdagi yorug'lik tezligining ikkinchi muxitdagi yorug'lik tezligi nisbatiga teng.

$$n_{\text{absolyut}} = \sin i / \sin r = v_{\text{bo'shliq}} / v_{\text{muxit}},$$

bunda: n_{absolyut} - ma'lum son bo'lib, u nur sindirish ko'rsatkichi deb ataladi;

v_1 va v_2 - tushish va sindirilish muxitlaridagi nurning tezligi.

Refraksiya yorug'lik nurlari o'tkazadigan muhitlarga bog'liq. Ushbu bog'liqlik Snell qonunida ma'lum muhit uchun doimiy bo'lgan nur sindirish indekslar orqali aniq ko'rsatilgan. Snell qonuni quyidagi diagrammada keltirilgan:



Ba'zi mineral va silikat materiallarning nur sindirish ko'rsatkichlari 2-Jadvalda keltirilgan.

2-Jadval. Ba'zi mineral va materiallarning nur sindirish ko'rsatkichi.

Material	Modda	Temperatura, °C	Nur sindirish
Kristallar	LiF	20	1,3920
	NaCl	20	1,5442
	KCl	20	1,4870
	KBr	20	1,5552
Optik shishalar	LK3 (Engil kron)	20	1,4874
	K8 (Kron)	20	1,5163
	TK4 (Og'ir kron)	20	1,6111
	STK9 (O'ta og'ir kron)	20	1,7424
	F1 (Flint)	20	1,6128
	TF10 (Og'ir flint)	20	1,8060
	STF3 (O'ta og'ir flint)	20	2,1862
Minerallar	Olmos (oq)	-	2,417
	Berill	-	1,571— 1,500
	Zumrad	-	1,588— 1,505
	Sapfir (oq)	-	1,768— 1,771
	Sapfir (yashil)	-	1,770— 1,770

2. Simmetriya haqida tushuncha. Simmetriya elementlari (simmetriya o'qlari, simmetriya tekisligi, simmetriya markazi yoki inversiya).

Simmetrik xususiyat deganda biz mos tushish, ya'ni kristallning o'z-o'ziga ba'zi fazoviy aylantirishda mos tushishi tushuniladi.

- a) simmetriya o'qlari
- b) aks tasvir
- v) markazli simmetrik tasvir.

Bu ko'rsatgichlar bo'yicha hamma kristallar etti (yuqori - 1, o'rta - 2-4 va quyi -5-7) singoniyaga bo'linadi:

1) kubik $a=b=c$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$.

Misol: Almaz –C. Singoniyasi – kubik, fazoviy gruppasi – Fd3m, $z=8$, $a=3.567\text{\AA}$, $b=3.567\text{\AA}$, $c=3.567\text{\AA}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90^\circ$ va $\gamma=90^\circ$.

Almandin – $\text{Fe}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$. Singoniyasi – kubik, fazoviy gruppasi – Ia3d, $z=8$, $a=11.53\text{\AA}$, $b=11.53\text{\AA}$, $c=11.53\text{\AA}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90^\circ$ va $\gamma=90^\circ$;

2) geksagonal $a=b\neq c$, $\alpha=\beta=90^\circ$ va $\gamma=120^\circ$.

Misol: Berill – $\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$. Singoniyasi–geksagonal, fazoviy gruppasi–P6/mcc, $z=2$, $a=9.20\text{\AA}$, $b=9.20\text{\AA}$, $c=9.22\text{\AA}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90^\circ$ va $\gamma=120^\circ$;

3) tetragonal $a=b\neq c$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$.

Misol: Gelenit– $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$. Singoniyasi–tetragonal, fazoviy gruppasi–P4₂m, $z=2$, $a=7.738\text{\AA}$, $b=7.738\text{\AA}$, $c=5.045\text{\AA}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90^\circ$ va $\gamma=90^\circ$;

4) trigonal yoki romboedrik $a=b\neq c$, $\alpha=\beta=\gamma\neq 90^\circ$.

Misol: Villemitt– Zn_2SiO_4 . Singoniyasi–trigonal, fazoviy gruppasi–R3, $z=18$, $a=13.94\text{\AA}$, $b=13.94\text{\AA}$, $c=9.31\text{\AA}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90^\circ$ va $\gamma=120^\circ$;

5) rombik $a\neq b\neq c$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$.

Misol: Montichellit – CaMgSiO_4 . Singoniyasi–rombik, fazoviy gruppasi–Pnma, $z=4$, $a=4.815\text{\AA}$, $b=11.08\text{\AA}$, $c=6.37\text{\AA}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90^\circ$ va $\gamma=90^\circ$;

6) monoklin $a\neq b\neq c$, $\alpha=\beta=90^\circ$ va $\gamma\neq 90^\circ$.

Misol: Diopsid– $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$. Singoniyasi–monoklin, fazoviy gruppasi–S2/c, $z=4$, $a=9.73\text{\AA}$, $b=8.91\text{\AA}$, $c=5.25\text{\AA}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=105.83^\circ$ va $\gamma=90^\circ$;

7) triklin $a\neq b\neq c$, $\alpha\neq\beta\neq\gamma\neq 90^\circ$.

Misol: Anortit– $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$. Singoniyasi–triklin, fazoviy gruppasi–P1, $z=4 \times 2$, $a=8.18\text{\AA}$, $b=12.88\text{\AA}$, $c=7.08 \times 2\text{\AA}$, $\alpha=93.165^\circ$, $\beta=115.85^\circ$ va $\gamma=91.215^\circ$.

Ular o'z navbatida simmetriya bo'yicha 32 klassni, elementar trans-lyastiyalari xarakati bo'yicha 14 turli Brave panjarasini va kristallar klas-sifikatsiyasi bo'yicha 230 Fedorov gruppasini beradi.

3. Kristallarning ikkilanib sindirish kuchi. Kristall singoniyalari turiga qarab har turli bo'ladi:

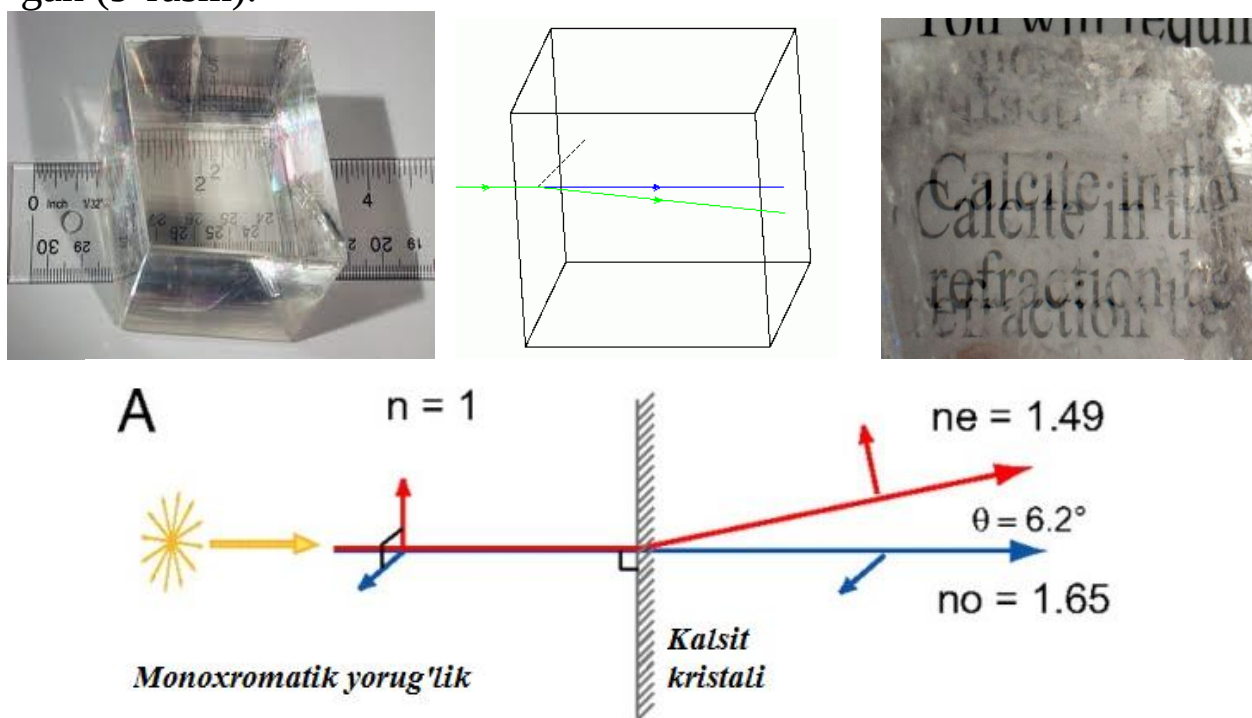
1. Yuqori kubik singoniyada - nurni ikkilanib sindirish kuchi kuza-tilmaydi.

2-4 - o'rtacha singoniyada bir o'qli, nurni ikkilanib sindirish kuchi mavjud. Ulardan biri n_o yoki N_o (oddiy nur) deb belgilanadi. U nur tarqalishi qonunlariga bo'ysinadi va hamma yo'nalishlarida bir xil tezlikka ega.

Ikkinchi nur o'ziining nur sindirish ko'rsatkichini o'zgartiradigan yo'nalishga ega bo'lib, n_e yoki N_e (ekstraordinar nur) harflari bilan belgilanadi.

5-7. Quyi singoniyada - N_g , N_m va N_p mavjud bo'lib, bunda $\Delta N = N_g - N_p$ bo'ladi.

Misollar: Ilgari Islandiya shpati kristalli nomi bilan tanilgan (Islandiya: silfurberg; lit. Kumush-tosh) shaffof kaltsit yoki kristallangan kaltsiy karbonat bo'lib, dastlab Islandiyadan keltirilgan va yorug'likning polarizatsiyasini (ikkilanib sinishi) namoyish qilish uchun foydalanilgan (9-rasm).



9-rasm. Islandiya shpati (kalsit) kristalining ikkilanib sinishi xususiyati.

Kalsit kristallari osonlikcha ishov beriladi va romblarga bo'linadi, kristallar ikkilanib sinish kuchi bilan diqqatga sazovor. Tarixan, ushbu kristallning ikki marta sinishi xususiyati yorug'likning to'liqin tabiatini tushunish uchun muhim hisoblangan. Buni Kristian Gyuygens va Isaak Nyuton batafsil o'rganishgan. Jorj Stokes ham ushbu hodisani batafsil

o'rgangan. Uning nur polarizatsiyasi nuqtai nazaridan to'liq izohi 18-asrning 20-yillarida Avgustin-Jan Fresnel tomonidan nashr etilgan.

4. Cho'ziq kristallarning so'nish tavsifi. Yoqilgan analizatorlar bilan har 90° da qaytariladi.

To'g'ri so'nish 5 ta singoniya - kubik, geksagonal, tetragonal, trigonal, rombik singoniyalar uchun xarakterlidir.

To'g'ri va egri so'nish faqat 1 singoniya - monoklinga taaluqli.

Fakat egri so'nish bir singoniya - triklin kristallariga xos.

5. Uzayish belgisi. Kristallarning musbat - agar kristallning uzunligi bo'yicha nur tebranishi hosil bo'lib, nur sindirish ko'rsatkichi N_g katta bo'lsa; manfiy - agar N_r kristall uzunligi bo'yicha katta bo'lsa.

Kristallar formasi to'g'ri bo'lmagan donasimon yoki ajralish darzi yo'q donachalar ko'rinishida bo'lsa, bu xususiyatni aniqlab bo'lmaydi.

6. Kristallning optik belgisi. Bu ko'rsatkichlar musbat yoki manfiy bo'lishi mumkin. Bir o'qli musbat kristallarda $n_o < n_e$, ya'ni bu erda $n_o = n_p$

va $n_e = n_g$ bo'ladi. Manfiy belgili kristallarda esa $n_o = n_g$ va $n_e = n_p$ bo'ladi.

7. Optik o'qlarning burchak kattaligi. Bu ko'rsatkichlar $2V$ yoki $2E$ holatida bo'ladi.

8. Gabitus. Turli-tuman minerallar gabitusi, ya'ni tashki ko'rinishi bir-biridan tuzilishiga ko'ra farqlanadi:

Kubik singoniyali kristallar - izometrik va kvadrat ko'rinishida;

Geksagonal singoniyali kristallar - oltiburchak, dumaloq donachalar va prizmatik ko'rinishida.

Tetragonal singoniyali kristallar - kvadrat, jadval, dumaloq donachalar, sakkizqirrali va plastinkasimon ko'rinishida.

Trigonal singoniyali kristallar - uchburchak donachalar shaklida;

Rombik singoniyali kristallar - romba, brusok shaklida va to'g'ri burchakli ko'rinishida;

Monoklin singoniyali kristallar - tangachasimon, to'g'ri burchakli, brusok shaklida, ignasimon va tolali ko'rinishida;

Triklin singoniyali kristallar - shakli aniq bo'lmagan donachalar ko'rinishida bo'ladi.

9. Kristallarning o'lchamlari. Kristallarning o'lchamlari o'ta kichik holatida bo'lishi mumkin. Bu holat ko'proq polikristallarga taaluqli. Agar kristallar monokristall holatida bo'lsa o'lchamlari katta bo'ladi.

10. Kristallarning ajralish qobiliyatlari. Hamma minerallar ham ajralish qobiliyatiga ega emas. Bo'lganda ham aniqligi yo'nalishlari soni va ular orasidagi burchaklarning katta-kichikligi bilan farq qiladi. Shuning uchun minerallarning bu xususiyati ham muxim diagnostik belgilardan biri hisoblanadi.

2.6. Usuldan foydalanish imkoniyatlari.

Mikroskopik tahlildan quyidagilarni bilish mumkin:

- 1) kristallarning identifikatsiyasi uchun ularning optik konstantalarini o'lchash yo'li bilan (N_g , N_p , ΔN va boshqalar);
- 2) kristallarning tuzilishi, kristallokimyoviy xususiyatini dastlabki bosqichda aniqlash uchun;
- 3) xom-ash'yo materiallari va ularni kuydirish asosidagi mahsulotlar-ning shakl va o'lchamlarini o'rganish uchun;
- 4) kristallarning o'sish jarayoni va ularning buzilishi;
- 5) moddalardagi fazoviy o'zgarishlar;
- 6) diffuziya jarayoni;
- 7) ishlab chiqarishning texnologik jarayonlaridagi nuqsonlar va mahsulot sifatini o'zgarishi (keramik materiallar va klinkerni pishgan – pishma-ganligi, g'isht va betonlar strukturasining etilgan-etilmaganligi) sabablari-ni aniqlash uchun;
- 8) fazalar miqdorini aniqlash uchun;
- 9) moddaning bir yoki ko'p tarkibligi;
- 10) moddalarning aks tasvirlash xususiyati;
- 11) moddalarning kimyoviy bardoshligi;
- 12) moddalarning mexanik mustahkamligi;
- 13) modda yoki aralashmaning erish harorati;
- 14) faza tarkibi miqdorini aniqlash uchun;
- 15) minerallarning rang berish xususiyatini aniqlash uchun.
- 16) minerallarning ajralish qobiliyatlarini ajralish tekisligi orasidagi burchaklar qiymati bilan;
- 17) mineral yoki kimyoviy moddaning uzayish belgisi yoki asosiy yo'nali-shini topip uchun;
- 18) so'nish burchagi $S:N_g$ ni aniqlab olish uchun;
- 19) qo'shaloq – polisintetik, panjarali va sektorsimon.

3-§. Mikroskopik tahlil uskunalari. Mikroskoplar turlari, tuzilishi va qo'llanilish imkoniyatlari.

Mikroskopik tahlilning muvaffaqiyatli amalga oshirilishi qo'llaniladigan apparatlarga ko'p jihatdan bog'liq. Tegishli apparatlarsiz ilmiy-tadqiqot ishi, texnika va tibbiyot muammolarini hal etish mumkin emas.

Mikroskopik tahlil apparatlari turi juda ko'p. Ular qatoriga A. Levenguk va R.Guklarning shisha linzalaridan tortib zamonaviy mikroskoplarga kiradi. Zamonaviy mikroskoplar qatoriga qu'yidagilar kiradi: nurli mikroskop, polyarizatsion mikroskop va b.

3.1. Mikroskopik tahlil uskunalari.

1. Nurli mikroskoplar. Ularning qatoriga linzali teleskop - refraktorlardan tortib ikki nurli mikroiinterferometrlargacha kiradi. Hozirgi kunda qo'llaniladigan nurli mikroskop polyarizatsion nurni qo'llashga asoslangan.

2. MP-2, MP-3, MP-4, MIN-4, MIN-5 va MIN-8 turdagi polyarizatsion mikroskoplar. Ular yorug'lik ostida ishlash uchun mo'ljallangan zamonaviy apparatlar qatoriga kiradi. Kichik hajmni kattalashtirishda yorug'lik manbai bo'lib oddiy stol lampasi xizmat qiladi. Hajmni juda kattalashtirishda esa OI-9 va OI-19 kabi sun'iy yoritgichlar qo'llaniladi.

Odatda nur sindirish ko'rsatkichi n yoki N -ni o'lchashda sariq nurlar, ya'ni D - natriy bug'lari chizig'i (to'lqin uzunligi $\lambda = 5893 \text{ \AA}$) qo'llaniladi.

Ob'ektiv sifatida ob'ektiv va okulyarlar to'plamiga kirgan va ob'ektlarni 17,5 X dan to 1350 X gacha kattalashtiruvchi moslamalar qo'llaniladi.

Hozirgi vaqtda sanoat korxonalari, ilmiy - tekshiruv institutlarida zamonaviy MIN-8 mikroskopi ishlatiladi (10- rasm).



10-rasm. MIN-8 markali polyarizatsion mikroskopning ko'rinishi.

MIN- 8 markali polyarizatsion mikroskopning asosiy detallari quyidagicha:

1- mikroskop asosi - massiv plitka. Uning ichiga kondensor linza va burish prizmalari joylashtirilgan.

2- okulyar.U 5X ,6X, 8X,15X va 20X marta kattalashtirishga imkon beradi;

3- tubus. U tutgichning yuqori qismiga qo'zg'almas qilib mahkamlanadi. Tubus o'yig'iga analizator yoki boshqa kompensatorlar moslamasi o'rnatilgan

4- opak-ilyuminator OP-12 ni o'rnatish salazkasi. Bu o'z navbatida mikroskopda qaytgan nurlar yordamida ham ishlashga imkon beradi.

5- qiya monokulyar moslama. Predmet stolchasini doimo gorizantal holatda saqlab ob'ektni kuzatish uchun xizmat qiladi;

6- stilindr shaklidagi metall truba. Unda ko'rish uchun kattalashtirib beruvchi sistema-okulyar o'rnatilgan;

7- predmet stolchasi. Uning ustiga tekshirilayotgan ob'ekt o'rnatilgan bo'ladi. Predmet stolchasi kronshteynga o'rnatilgan bo'lib, katta tishli siljitish mexanizmi yordamida yuqoriga-pastga xarakatlanadi;

8- kondensor. U o'rnatilishi yoki olib qo'yilishi mumkin;

9- siljitish mexanizmi. Uning yordamida predmet stolchasi yuqoriga-pastga xarakatlantiriladi;

10-xarakatlantiruvchi dastalar. Ular mikroskop asosining ikki tomonidagi mexanizmni xarakatlantiradilar;

11- opak-ilyuminator OP-12.U tubusning pastki qismida joylashgan;

12- mikroskop dastagi;

13- markazlash vintlari. Uning yordamida yoritish sistemasining holati o'zgartiriladi;

14- linza yoritish sistemasidan tashqariga chiqarilgan dasta;

15- disk. U analizatorning ustiga interferenstion yorug'lik filtri sifatida o'rnatilgan;

16- ob'ektiv. U 3X, 8X, 20X, 40X, 60X va 90X marta kattalashtirishni ta'minlaydi.

Nur sindirish ko'rsatgichi ko'pincha immersion suyuqlik yordamida aniqlanadi. U tekshirilayotgan ob'ekt va muxit (suyuq yoki qattiq)ning nur sindirish ko'rsatgichini taqqoslashga asoslangan. MIN-8 kabi polyarizastion mikroskoplar bilan bir qatorda ilmiy-tadqiqot ishlarini olib borishda metallografik mikroskoplar ham keng qo'llaniladi.

3.2. Mikroskoplar uchun moslamalar

1.Ob'ektni yoritish uchun moslamalar. OI-9M tipidagi yoritgich ikki linzali kollektor va lampochkadan tashkil topgan. Lampa 127 220 V li manbadan kamaytiruvchi transpormator orqali ishlatiladi. Bu turdagi yoritg'ich preparatni o'tuvchi nurda yoritishga xizmat qiladi. OI-24 tipidagi yoritgich preparatni o'tuvchi nurda yoritish va tasvirini tushirish uchun xizmat qiladi. Uning lampasi 12 v va 100vt da, 127/220 v li manbada kamaytiruvchi transformator orqali ishlatiladi.

OI-17 tipidagi yoritgichlar preparatlarni 400 va 365 nm gacha bo'lgan ko'k binafsha va yaqin ultrabinafsha nurlarida lyuminestenstiyani qo'zg'atish uchun xizmat qiladi. Yorug'lik manbai sifatida SVD-120A tipidagi simob kvarstli lampa ishlatiladi. Bu lampa 220 V li o'zgaruvchan tokda maxsus pultdan quvvat oladi.

2.Ob'ektni kuzatish uchun moslamalar. AU-29 tipidagi binokulyar moslama - ob'ektni bir vaktning o'zida ikkala ko'z bilan ko'rishga moslangan. Bunda mikroskopda ishlovchining toliqishi kamayadi va shu bilan birga kuzatiladigan kartinani aniqroq ko'rishga imkon beradi.U MIN-8 va MID-1 mikropkoplarga o'rnatiladi. Binokulyar moslama komplektiga 7X, 10X va 15X okulyarlari kiradi.

AU-14 tipidagi demonstrasiya (namoyish) moslamasi - ob'ektni bir vaqtning o'zida ikkita kuzatuvchi kuzatishiga moslangan. Ilmiy-tadqiqot ishlarida, o'quv jarayonida va maslahat olishda ishlatiladi.

3. Mikrofotografiyalar uchun moslamalar. Bu maqsadlarda stereskopik mikroskop uchun MFN-5 va oddiy mikroskop uchun MFN-12 moslamalari qo'llaniladi. Ular korpus va 35 mm plenka uchun plenkali kameradan tashkil topgan bo'ladi.

4. Ob'ektni monoxromatik nur yordamida yoritishga mo'ljallangan moslamalar. Bu maqsadda MPF-1 tipidagi monoxromator ishlatiladi. Yoritish diapazoni 420-650 nm. Uning ishchi bo'laklari: revolverli filtr o'rnatilgan disk bo'lib, u 650, 610, 550 va 450 nm da maksimal o'tkazish uchun xizmat qiladi. Diskning oltinchi teshigi preparatga oq nur tushirishga imkon beradi.

5. Mikroskoplarning kattalashtirish darajasini ta'minlovchi moslamalar. Ular qatoriga ob'ektiv (ob'ektni kattalashtiruvchi linza, yoki bir nechta linzalardan tashkil topgan murakab optik sistema) va okulyar (ko'rish uchun kattalashtirib beruvchi sistema, u stilindr shaklidagi metall trubaga o'rnatilgan ikkita linzadan tashkil topgan) larning to'plami kiradi. Ob'ektning kattalashtirish darajasi 3-jadvalda keltiriladi.

3-jadval. Ob'ektning kattalashtirish darajasi

Ob'ektiv	Okulyar va kattalashtirish						
	5 ^x	6 ^x	8 ^x	12 ^x	15 ^x	17 ^x	20 ^x
3 ^x	15	18	24	37.5	45	51	60
8 ^x	40	48	64	100	120	136	160
20 ^x	100	120	160	240	300	340	400
40 ^x	200	240	320	480	600	680	800
60 ^x	300	360	480	720	900	1020	1200
90 ^x	450	540	720	1080	1350	1530	1800

6. Proekstiyalash moslamalari. Bu maqsadda RA-5 rusumi moslama qo'lla-niladi. U ob'ektivning mikroskop bilan kattalashtirilgan tasvirini rasmga olish va proekstiyalash uchun xizmat qiladi. Apparat bilan qorong'i xonada ishlash zarur. Yoritqich sifatida esa OP-24 tipidagi yoritgichlar ishlatiladi.

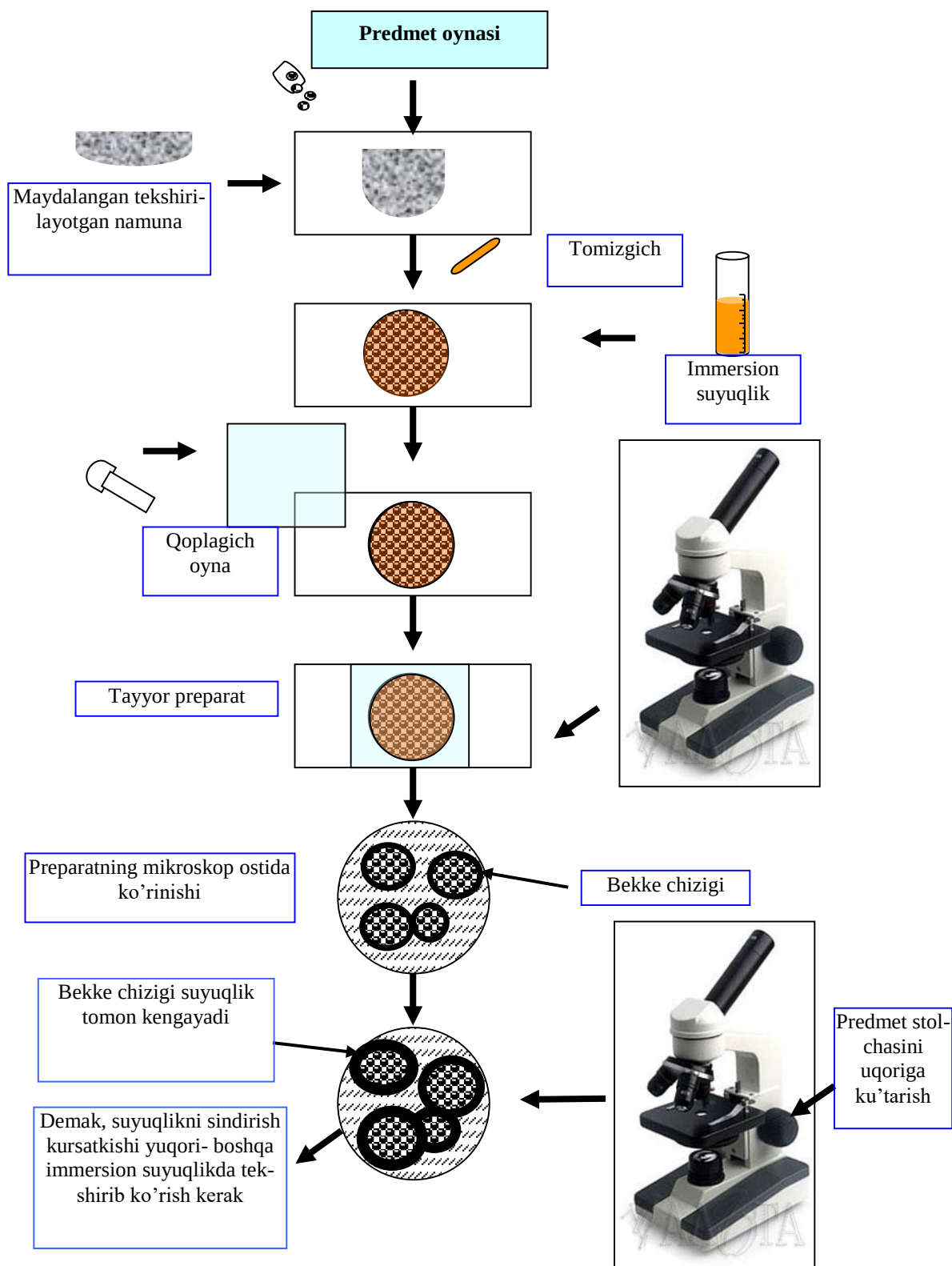
7. Immersion mikrorefraktometr moslamasi. Bunday asbob yordamida standart immersion suyuqliklarining va immersion preparatlaridagi moddalarning yorug'lik nurini sindirish ko'rsatgichlari aniqlanadi.

8. Moddalarning nisbiy moqдорini aniqlash moslamasi. Ular qatoriga okulyar-setka va integrastion stolcha kiradi.

3.3. Preparatlarni tayyorlash usullari.

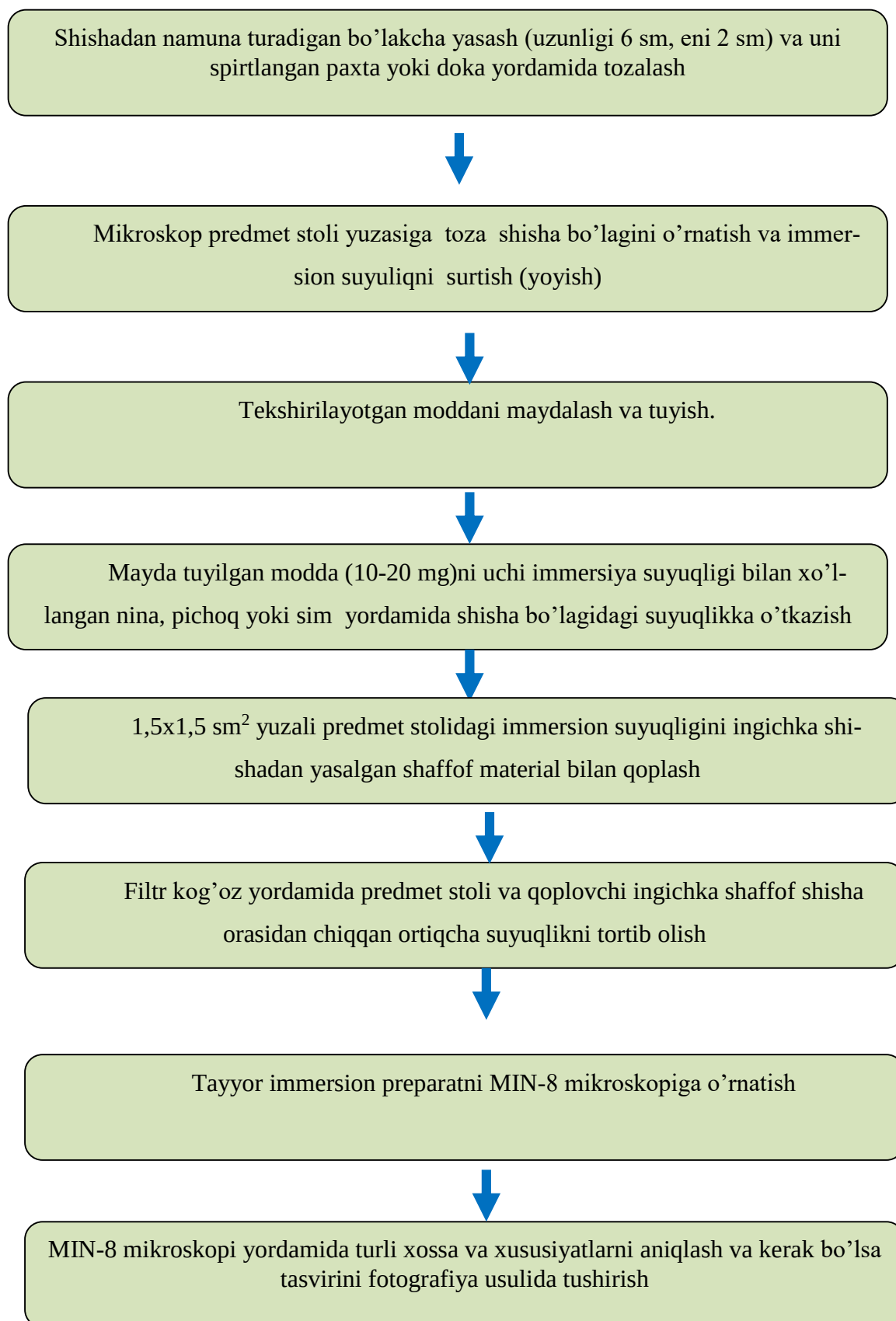
Material, buyum va tajriba namunasini mikroskopik tekshirishga quruq yoki xo'l usullarda tayyorlash va tadqiqotlar o'tkazish uchun asosan quyida batafsil bayon qilingan uch usuldan foydalaniladi.

1. Immersion usulda preparatlarni tayyorlash. Bu usul eng qadimiy va eng oson usullardan biri bo'lib, unda immersion preparatlarni tayyorlash quyidagi soddalashtirilgan sxema bo'yicha tayyorlanadi:



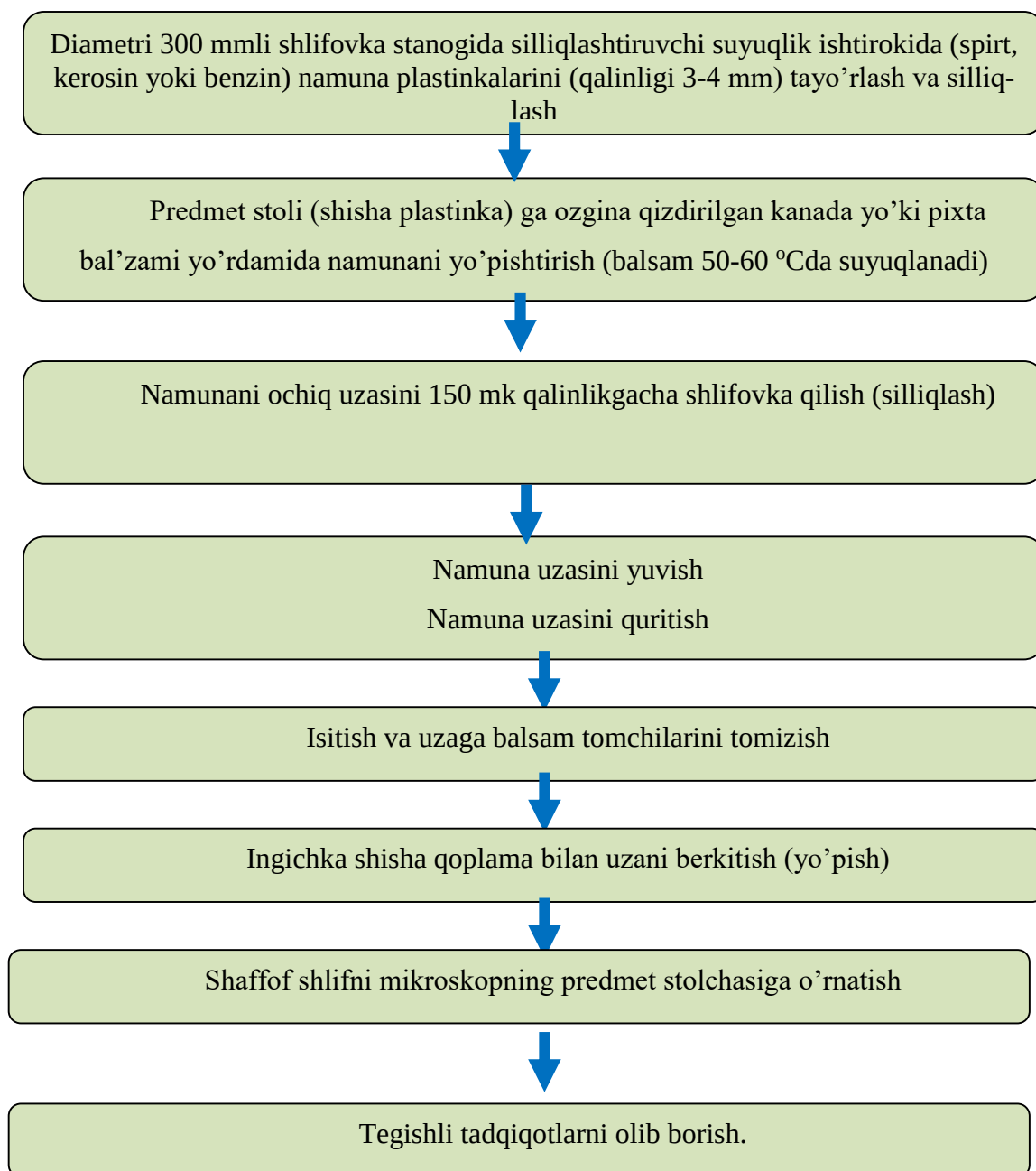
11-rasm. Immersion usulda moddaning nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash.

Immersion usulda preparatlarni tayyorlash tizimi.



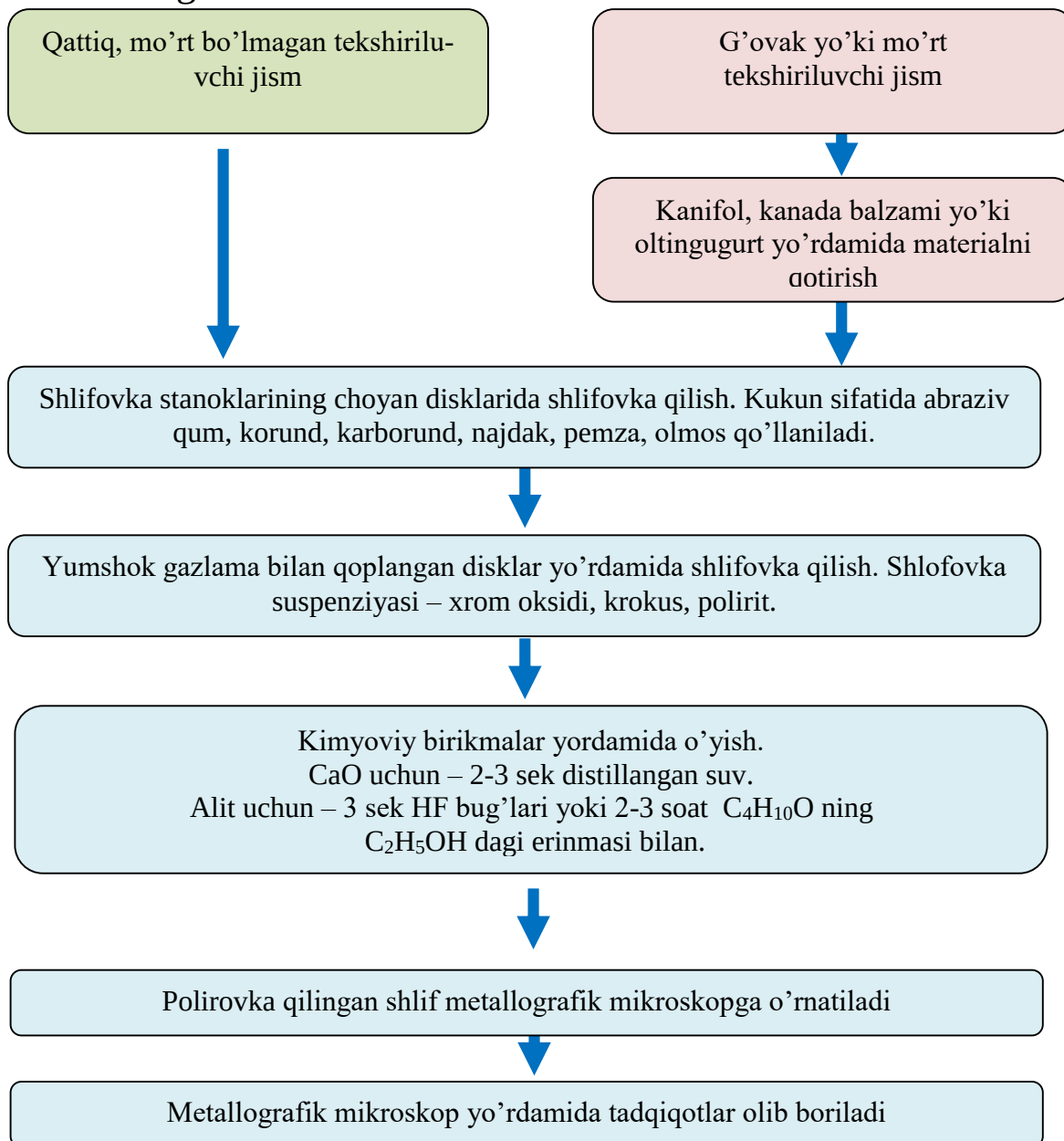
3.4. Shaffof shliflar tayyorlash.

Shaffof shlif tayyorlash immersiya usuli shlifini tayyorlashdan tubdan farq qiladi. Immersiya usulida suyuqlikni tez-tez almashtirib turish mumkin. Bu erda esa shaffof shlif tayyorlash anchagina murakkab jarayondir. Uni quyidagi tizim bo'yicha amalga oshiriladi:



3.5. Metallografik tahlilda silliqlangan (polirovka qilingan) shliflarni tayyorlash.

Bunday shliflar metallografik mikroskoplari uchun quyidagi tartibda amalga oshiriladi:



3.6. Mikroskopik tahlil usulining afzalligi va kamchiliklari.

Mikroskopik tahlil usulining afzalliklariga quyidagilarni ko'rsatish mumkin:

- 1) talqin etishning soddaligi;
- 2) olingan natijaning to'raligi;
- 3) olingan natijaning ishonchliligi;

- 4) olingan natijaning tezkorligi (1-10 minut);
 - 5) 0,3 mkm gacha (yorug'lik mikroskoplarida) bo'lgan mayda zar-rachalarni farqlash imkoni (ultrabinafsha mikroskoplarida 0,2 mkm gacha);
 - 6) mikroskop tuzilishining oddiyligi (soddaligi);
 - 7) fotomaterial, plastinka va plenklar yordamida vizual kuzatila-yotgan mikrotuzilish holatining dokumentallashtirish, ya'ni fotografi-yasini olish mumkinligi;
 - 8) takomillashtirilgan ion proektorli mikroskoplarda o'lchami 0,1 mm dan to 10^{-10} m ($1 \text{ \AA}$) gacha bo'lgan defektlarni aniqlay olishi;
 - 9) tekshirishni past va yuqori haroratda, ultrabinafsha va infraqizil nurlar ishtirokida, ultra tovush ta'sirida olib borish mumkinligi.
- Mikroskopik tahlil usulining kamchiliklari sifatida quyidagilarni ko'rsatib o'tishimiz mumkin bo'ladi:
- 1) rasshifrovka qilishning soddaligi;
 - 2) ko'pgina mikroskoplarning etarli darajada moddalarni katta-lash-tira olmasligi;
 - 3) mikroskopda ishlovchining toliqish va charchash tufayli xos-salarni to'g'ri qabul qila olmasligi.
 - 4) immersion suyuqliklarni uchishi va xar kuni ularning ta'sirini nazorat qilishni muhimligi;
 - 5) o'lchash noaniqligining kattaligi, $\pm 0,03$;
 - 6) yuqori darajali kattalashtirishda yustirovka operastiyasining mu-rak-kabligi;
 - 7) nur sindirish ko'rsatgichi yaqin bo'lgan moddalar kimyoviy tar-kibini aniqlash qiyinligi.

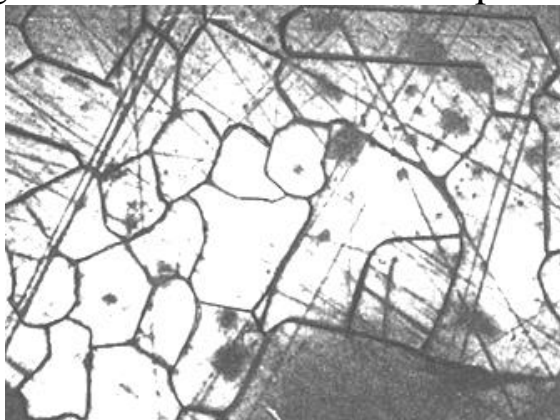
3.7. Mikrofotografiya namunalari. Keyslar.

Mikrofotografiya usuli orqali tasvir xujjat maqomini oladi. Shuning uchun magistrlik va doktorlik dissertastiya ishlari olib borishda, solishtirish etalonlari yasashda va korxona mahsulotlari sifatini tasvir orqali belgilashda ishlatishda u bebaxodir.

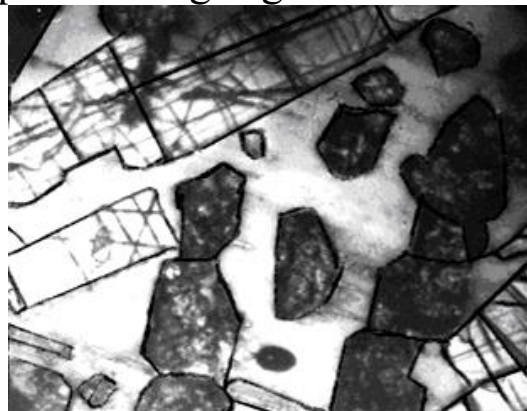
Barcha mikroskoplarga fotoapparatlar o'rnatish mumkin. Tasvir qaytgan va o'tuvchan nur asosida paydo bo'lishi va olinishi mumkin. Quyidagi rasmlarda o'ziga xos kristallarning mikro tasviri berilgan.

12-rasmdagi foto stronstiy-lantan alyuminati $\text{SrLaAl}_3\text{O}_7$ ga taaluqli. Shu mineralga oid shixta elektr yoyli pechida eritilgan bo'lib,

u sovitilayotgan paytda kristallizastiyaga uchragan. Mikrotasvir metallografik mikroskop MIN-7 da qaytgan nurlar yordami va 600 marta kattalashtirilgan holda hosil qilingan va fotoplastinkaga tushurilgan. Anshlif oldindan maxsus kimyoviy eritma yordamida ishlangan. Shu tufayli tetragonal singoniyaga ega bo'lgan melilitsimon kristall donalarining ko'rinishi va o'lchami haqida aniq ma'lumotga ega bo'lindi.



A



B

12-rasm. Keramik namunalar mikrotasvirlari:

A- $\text{SrLaAl}_3\text{O}_7$ – mikrofotografiyasi. MIN-7 mikroskopi, $\times 600$.

B - “60 SrSiO_3 + 40 $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$ ” tarkibli 1450°C li xaroratda (5 soat) olingan shisha-kristal material, $\times 400$ marta kattalashtirilgan.



13-rasm. Kvarst-pirofillitli chinni toshlarining mikroskopik rasmlari. Kattalashtirish $350^\times$.

Kvarst-pirofillitli chinni toshining petrografik tahlili natijalari (13-rasm) shuni ko'rsatadiki, bu namuna zich tangasimon agregatlaridan iborat. Asosiy minerali pirofillit bo'li, u kalta ustunsimon, geksoqognal ko'rinishdagi kristallardan iborat. Kristallarning o'lchamlari 8-10 mkm. Kvarst kristallarining o'lchamlari 100-200 mkm bo'lib, ular kaolinit

qavatlari bilan chambarchas bog'lanib ketgan. Qavatli strukturaga ega bo'lgan kaolinit kristallari shlif yuzasida betartib joylashganini ko'rish mumkin.



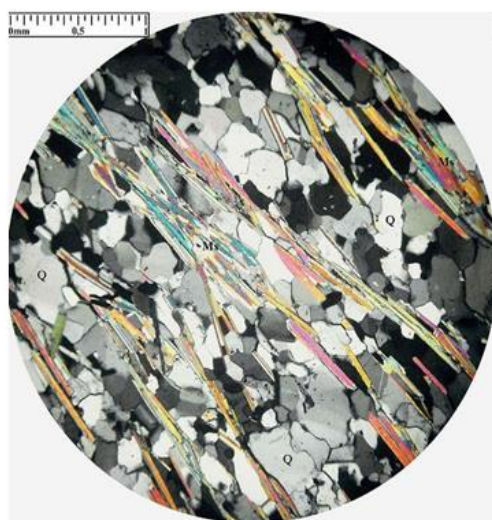
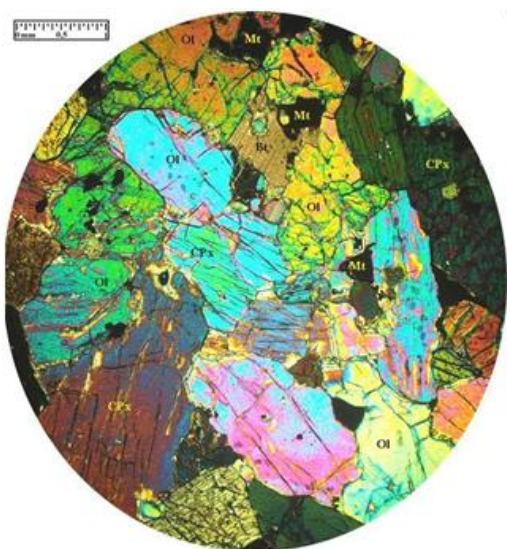
A □



B

14 rasm. Avantiyurinli kvarstit minerali (A) va uning polyarizatsion mikroskopda olingan rasmi (B):

Q- kvars kup kirrali kristallari; Ms - muskovit ignasimon kristallari.

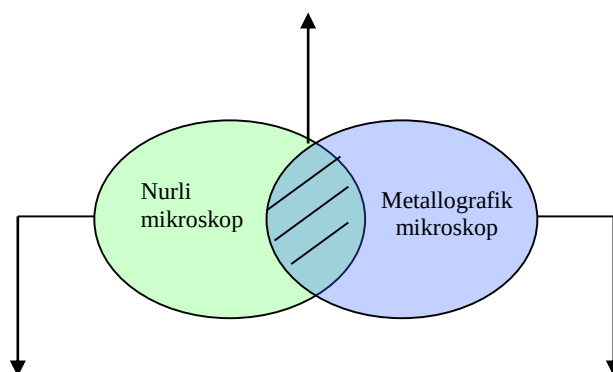


15 rasm. Olivin (Ol), muskovit (Ms), klinopiroksen (CPx) va kvarst (Q) kristallarining polyarizatsion mikroskopda ko'rinishi.

Umumlashtirib olinganda kristallarning shakli ularning turg'un xolati yoki real xolatiga bog'liq, shu jumladan kristallarning tashqi qiyofasi yoki kristallarning o'sishi tashqi muxitga o'ta bog'liqdir.

Mavzu bo'yicha nazorat savollar.

1. Mikroskop termini nimani anglatadi?
2. Kristallar dunyosini o'rganishda mikroskopning o'rnini qanday bo'lgan?
3. Tahlilda aniqlanadigan asosiy xususiyatlar – nur sindirish ko'rsatgichi va boshqalar qanday izohlanadi?
4. Qattiq moddalarning asosiy xususiyatlari – simmetriya o'qlari, simmetriya tekisligi, simmetriya markazi, kristallarning ikkilanib sinish kuchi, cho'ziq kristallarning so'nishi, uzayish belgisi, kristallarning optik belgisi va burchak kattaligi, gabitus, kristall o'lchami, ajralish qobiliyatlari, haqida tushuncha bering.
5. Mikroskopning qanday turlarini sanab bera olasiz?
6. Mikroskoplar uchun qanday moslamalar mavjud?
7. MIN-8 markali polyarizastion mikroskopining asosiy detallari nomini aytib bering.
8. Mikroskoplarning kattalashtirish darajasi qanday aniqlanadi?
9. Shliflarning qanday turlari bor?
10. Mikroskopiya preparatlarini tayyorlash usulini keltiring.
11. Tuproq minerallari, ba'zi bir oksidlar va kalstiy oksidi – kremniy oksidi tizimidagi fazalarning optik xarakteristikalarining farqi qanday?
12. Korxona sharoitida mahsulotlar sifatini nazorat qilishda mikroskopiya usulidan foydalanish mumkinmi?
13. Usuldan foydalanishning imkoniyatlariga oid ma'lumotlarni keltiring.
14. “Nurli mikroskop” va “Metallografik mikroskop”larning o'xshashlik va farqli belgilarini Venna diagrammasi yordamida tushuntirib bering.



Mavzuga oid testlar

1. Kristalloptika usuli - bu:

- A. Moddalarning termik xususiyatlarini o'rganadigan fan.
- B. Moddalarga rentgen nurlari tushganda zarrachalarni tebranish darajasini o'rganadigan fan.
- C. Moddalarning optik ko'rsatkichlarini o'rganadigan fan.
- D. Moddalarning elektromagnit xususiyatlarini o'rganadigan fan.
- E. Moddalarning elektr xususiyatlarini o'rganadigan fan.

2. "Mikroskop" termini – bu:

- A. Mikron darajadagi zarrachalarni saralash asbobi.
- B. Yirik obyektlarni ko'rsatuvchi asbob ma'nosini anglatadi.
- C. Obyektlarni maydalash uchun asbob ma'nosini anglatadi.
- D. Obyektlarni o'rganish asbobi ma'nosini anglatadi.
- E. Mayda obyektlarni ko'rsatuvchi asbob ma'nosini anglatadi.

3. Triklin singoniyada kristallarning shakli:

- A. Izometrik va kvadrat ko'rinishida bo'ladi.
- B. Shakli aniq bo'lmagan donachalar ko'rinishida bo'ladi.
- C. Uchburchak donachalar ko'rinishida bo'ladi.
- D. Sakkizqirrali va tangachasimon ko'rinishida bo'ladi.
- E. Oval va dumaloq ko'rinishida bo'ladi.

4. Yorug'lik nurlarini to'lqin uzunliklari:

- A. 1000 mikron
- B. 0,76 mikron - 1000 mikron.
- C. 0,40 mikron - 0,76 mikron.
- D. 0,1-0,3 mikron
- E. 1-100 mikron

5. Yorug'lik nurlarining spektri:

- A. Infraqizil nurlari.
- B. Qizil, sariq, havorang, yashil, ko'k, binafsha nurlar.
- C. Ultra-binafsha nurlari.
- D. Gamma va betta nurlari.
- E. Qizil va sariq spektrlar.

6. Moddalarning kimyoviy-mineralogik tarkibi va tuzilishini o'rganadigan eng qadimiy usul:

- A. Mikroskopik.
- B. Rentgenografik.
- C. Infraqizil spektroskopik.
- D. Termografik taxlil.
- E. Mikrozon taxlili

7. Mikroskopning qanday turlari mavjud?

- A. Elektron, pozitron mikroskop.
- B. Polyarostatik- polyarizatsion, Elektron.
- C. Derivatograf, pirooskop.
- D. Polyarizatsion, mikrozon, Elektron.
- E. IQ spektrometr, derivatograf, polyarograf

8. Levenguk va Guk qanday fizik-kimyoviy usulni rivojlanishiga o‘z xissasini qo‘shgan?

- A. Rentgenografik taxlil.
- B. IQ spektroskopik taxlil.
- C. Termik taxlil.
- D. Polyarografik taxlil.
- E. Mikroskopik taxlil.

9. “Mikrobiologiya” fanining asoschisi:

- A. Levenguk.
- B. Guk
- C. Rentgen.
- D. Laue.
- E. Nyuton

10. Nur sindirish kursatkichini aniqlashda qanday usuldan foydalaniladi?

- A. Termik taxlil.
- B. IQ spektroskopik taxlil.
- C. Mikroskopik taxlil.
- D. Polyarografik taxlil.
- E. Derivatografik taxlil

11. Elektromagnit nurlarning asosiy ko‘rsatkichi:

- A. To‘lqin uzunligi.
- B. To‘lqinning to‘g‘riligi
- C. To‘lqinning suvda tarqalish tezligi.
- D. To‘lqinning havoda tarqalish tezligi.
- E. To‘lqinning balandligi.

12. Mikroskopiya usulining asoschisi:

- A. Anglichliyalik kimyogar V. Vollaston
- B. Angliyalik olim G. Sorbi.
- C. Gollandiyalik olim A. Levenguk va angliyalik olim R. Guk.
- D. Rossiyalik olim N. Kurnakov.
- E. Fransuz olim Gershel.

13. Mikroskopik taxlilning immersion usulida aniqlanadigan xususiyat:

- A. Mineralning zichligi.
- B. Mineralning polyarizatsiyasi.
- C. Mineralning erish harorati.
- D. Mineralning nur sindirish ko'rsatkichi.
- E. Mineralning polyarizatsiyasi.

14. Nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash uchun asosiy formula:

- A. Nurning sinish burchagini qaytish nuriga nisbatiga teng.
- B. Nur sindirish ko'rsatkichi birinchi va ikkinchi muxitlardagi yorug'lik tezliklarining ko'paytirmasiga teng.
- C. Nur sindirish ko'rsatkichi birinchi va ikkinchi muxitlardagi yorug'lik tezliklarining summasiga teng.
- D. Qattik va suyuq fazadagi yorug'lik tezliklariga teng.
- E. Nur sindirish ko'rsatkichi birinchi va ikkinchi muxitlardagi yorug'lik tezliklarining nisbatiga teng.

15. Trigonal singoniyada kristallarning shakli:

- A. Izometrik va kvadrat ko'rinishda bo'ladi.
- B. Sakkizqirrali va tangachasimon ko'rinishda bo'ladi.
- C. Uchburchak donachalar ko'rinishda bo'ladi.
- D. Shakli aniq bo'lmagan donachalar ko'rinishda bo'ladi.
- E. Oval va dumaloq ko'rinishda bo'ladi.

16. Mikroskopik taxlilning afzalliklari:

- A. Taxlilning soddaligi va tezkorligi.
- B. Mikroskoplar moddalarni yetarli darajada kattalashtira olmasligi.
- C. O'lchash noaniqligi katta bo'lganligi.
- D. Kristall panjarani tuzilishini batafsil o'rganish mumkinligi.
- E. Yuqori aniqlikda kimyoviy tarkibni aniqlash imkoniyati.

17. Mikroskopik taxlilning kamchiliklari:

- A. Amorf moddalarni tuzilishini batafsil o'rganish mumkinligi.
- B. Taxlilning soddaligi va tezkorligi.
- C. Minerallardagi kristallarni shakli va o'lchamlarini tez aniqlash mumkinligi.
- D. Mikroskoplar moddalarni yetarli darajada kattalashtira olmasligi va o'lchash noaniqligi katta bo'lganligi.
- E. Moddalarni kimyoviy tarkibini aniqlash imkoniyati.

18. Kubik singoniyada kristallarning shakli:

- A. Uchburchak donachalar ko‘rinishda bo‘ladi.
- B. Shakli aniq bo‘lmagan donachalar ko‘rinishda bo‘ladi.
- C. Izometrik va kvadrat ko‘rinishda bo‘ladi.
- D. Sakkizqirrali va tangachasimon ko‘rinishda bo‘ladi.
- E. Oval va dumaloq ko‘rinishda bo‘ladi.

19. Minerallarning optik xususiyatlari qanday asboblarda yordamida aniqlanadi?

- A. Rentgen trubka.
- B. Derivatograf, spektrofotometr.
- C. DRON apparatlari.
- D. Polyarizatsion mikroskop, refraktometr.
- E. Infraqizil spektrometr

20. Kristallar gabitusi deb:

- A. Moddadagi kristallar turlari va ularning sinfi tushuniladi.
- B. Moddadagi kristallar shakli va tashqi ko‘rinishi tushuniladi.
- C. Moddadagi kristallar singoniyalari tushuniladi.
- D. Minerallarning fizik kimyoviy xossalari tushuniladi.
- E. Minerallarning kimyoviy tuzilishi tushuniladi.

4-§. Elektron mikroskopik tahlil usullari. SEM, TEM, STM usullari

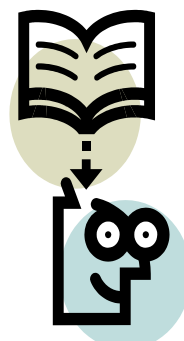
4.1. Elektron-mikroskopik tahlilning nazariy asoslari.

Turli texnika va fan soxalarida elektron-mikroskopik tahlil usuli keng qo‘llaniladi. Yuqori kattalashtirish qobiliyatiga ega bo‘lganligi sababli (oddiy mikroskoplardan 100 barobar kuchliroq) elektron mikroskoplar mikroobyektlarni strukturasini atom-elektron qatlamlari darajasida o‘rganishga imkoniyat beradi.

Elektron mikroskoplar ikki asosiy turga bo‘linadi:

1. O‘tqazuvchi elektron mikroskoplar (prosvechivayushiy, transmission elektron microscopy - TEM) – nur o‘tqazish natijasida namunalar o‘rganiladi.

2. Skanerli rastro nurli elektron mikroskoplar (rastroye, scanning elektron microscopy SEM) – namunadan qaytgan yoki ikkilamchi elektronlar o‘rdamida (o‘rganilayotgan yuzani scaner qilish natijasida tasvir hosil bo‘ladi).



Zamonaviy elektron mikroskopik usullarga yana mikrodifraktsiya va elektron-zond tahlili qiradi.

Zamonaviy elektron mikroskopik usullari kimyo mahsulotlarini tashkil etuvchi minerallari va agregatlarini nozik mikromorfologiyasini, materiallardagi turli nuqson va dislokatsiyalarni, material jinslarini bir xilmasligi darajasini aniqlashda, turli fazalarning morfologik va struktura tarkibi, kristall panjaraning periodikligi va nuqsonlarini o'rganishga imkoniyat beradi.

Elektron mikroskopning tuzilishi oddiy mikroskopga o'xshash bo'lib, tasvir hosil qilish uchun yo'rug'liq nuri o'rniga elektronlar oqimidan foydalaniladi.

Elektron mikroskoplar elektron pushka, magnit yoki elektrostatik turli fokuslovchi linzalar to'plami, predmet stoli bilan namuna joylashtirish kamerasi, fluoressensiya ekrani va fotokamera, elektr quvvati bloki va vakuum sistemasidan iborat.

Elektron mikroskoplar turlari - O'tqazuvchi elektron mikroskop BS-613 "Tesla", rastro nurli elektron mikroskop S-405a "Hitachi", JEM-4000EX (JEOL, Japan) (16- rasm).

1. Марка - JEM-4000EX

2. Производитель/страна - JEOL, Япония

3. Технические характеристики -

- Ускоряющее напряжение: 400 кВ (шаг -100В)
- Источник электронов: LaB6 -катод
- Наличие энергетического фильтра и монохроматора (для прецизионного EELS анализа)
- Объективная линза (UHP-40):
 - коэффициент сферической аберрации - 1мм;
 - коэффициент хроматической аберрации - 1,6мм;
 - фокусное расстояние - 3,2 мм;
 - шаг фокусировки - 1,2 нм;
 - максимальное увеличение - 1200000;
- Разрешающая способность: 0,165 нм (по точкам), 0,100 нм (по линиям)

4. Местонахождение в ЦКП - Отделение высокоразрешающей электронной микроскопии, к. 105

5. Год модернизации - 1990.

6. Балансовая стоимость - 5228 тыс. руб.



16-Rasm. JEM-400EX (JEOL, Japan) elektron mikroskopining ko'inishi va texnik ko'rsatkichlari.

Materialni elektron mikroskopik usulida tahlil qilishda namuna tayyorlash ancha murakkab hisoblanadi va uzoq vaqtni talab etadi, ayniqsa o'tqazuvchi TEM mikroskopik tahlili uchun. Tayyor mahsulotning yuzasini va strukturasini o'rganish uchun undan replika

tayyorlab olinadi. Replika – bu tekshirilayotgan materialdan farqli boshqa materialdan tayyorlangan, uning yuza relyefini qaytaradigan yupqa plyonka ko‘rinishida bo‘ladi. Bunda tekshirilayotgan namuna yuzasiga boshqa moddaning yupqa qatlami surtiladi, keyin ushbu qatlam extiyot bilan ko‘chirib olinadi va elektron mikroskopda tekshiriladi.

Tekshirilayotgan moddaning tarkibiga ko‘ra replikalarni materiali xam farqlanadi: ba’zilar 1) plastik materiallar (lakli kolloid, formvar replikalar); 2) vakuumda parlanadigan moddalardan (qoplangan replikalar — uglerod, metall bilan uglerod, metallar, kremniy monooksidi, kvars nanokukuni bilan qoplanadi), 3) namunaning yuzasini oksidlanish natijasida (oksidlangan replikalar — namuna oksidlanadi). Replikalarni o‘rganish materialning strukturasi tashkil etuvchi mineral zarrachalarning ko‘rinishini o‘rganishga imkoniyat beradi (atom o‘lchamlarigacha). Barcha elektron mikroskopik tahlil usullarida laboratoriyalarida materiallarni tahlil qilish uchun vakuum zarur bo‘ladi, hamda termik ishlash imkoniyati ham mavjud.

Mayda zarrachali dispers moddalarni (tuproq, sement kukuni) o‘rganishda kollodiyli plyonkalardan foydalaniladi. Bunda suspenziya usulida namuna tayyorlash kerak bo‘ladi: tekshirilayotgan material birinchi metall xavonchada, keyin esa suvda ultratovush disperslash yordamida maydalaniladi. Tayyor bo‘lgan suvli namuna pipetka yordamida kollodiyli podlojkali elektron-mikroskopik elakka (yacheykani o‘lchamlari 0,1 mmdan kichik) tomiziladi va quritiladi. Quritilgandan so‘ng namunani TEM usuli yoramida o‘rganish mumkin bo‘ladi.

4.2. Materiallar strukturasi o‘rganishda zamonaviy SEM, TEM, STM usullari.

1. O‘tqazuvchi elektron mikroskoplar (transmission elektron microscopy - TEM). Ultra yupqa namunalar, nanokukun va nanotrubkalar tuzilishini o‘rganish uchun asosiy usul. Ultra yupqa namunalar orqali yuqori energiya (200 eV — 400 keV) ega bo‘lgan elektron nurni o‘tkazib uni tasvirini olish uchun qurilma **O‘tqazuvchi elektron mikroskop** deb ataladi. Ultra yupqa namuna qalinligi 20-200 nm bo‘lganda namuna orqali o‘tadigan va u bilan o‘zaro aloqada bo‘lgan elektron nur magnit linzalar (optikasi) bilan tezlashtiriladi va

fluorestsent ekranda, plyonka yoki zaryadlangan sensorli qurilmada (CCDDa) tasvir qayd etiladi.

O'tqazuvchi elektron mikroskoplar yordamida moddaning ichki mikro tuzilishi, zarrachalar tuzilishi va olchamlari, undan tashqari, elektron mikroskop yordamida atomlarning tartibga solingan tuzilishidan diffraksion tasviri olinadi, undan kristalli fazalar haqida ma'lumot olinishi mumkin.

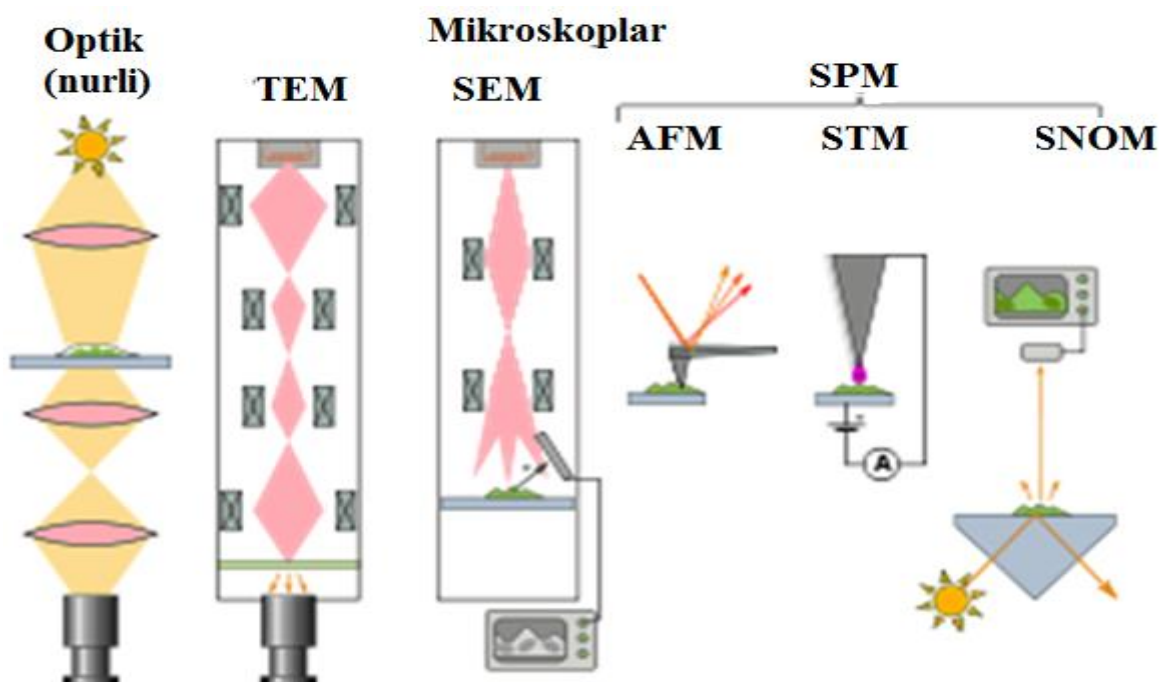
O'tqazuvchi elektron mikroskoplar (TEM) ilk bora 1931 yili Rudenberg va 1932 yilda nemis olimlari Maks Knollem va Ernst Rusk tomonidan yaratilgan. Knollem va Rusk tomonidan yaratilgan nazariya asosida Kanadaning Toronto shaxrida 1938 yil Albert Prebius va Dj.Hiller tomonidan amaliy qo'llash mumkin bolgan elektron mikroskop yaratilgan. 1986 yilda Elektron mikroskop yaratishga qoshgan hissasi uchun Ernst Rusk va Skanerli Zond mikroskop kashf etgan Gerd Binning hamda Genrix Rorrer birgalikda Nobel mukofoti bilan taqdirlangan.

Elektron mikroskopik tahlil rivojlanish tarixi 4-jadvalda keltirilgan.
4-jadval. Elektron mikroskopik tahlil rivojlanish tarixi

Sana, yil	Kashfiyot olim etgan	Kashfiyot nomi
1897	J.Tompson	Elektron ochish.
1911	N.Bor, Rezerford	Atom planetar modeli yaratildi.
1924	Le Broyl'	Harakatlanayotgan elektronlar to'liq uzunligi aniqlandi.
1926	H.Bush	Ilk bora elektronlar oqimini to'plash uchun elektromagnit linza yaratildi.
1931-1932	Maks Knollem va Ernst Rusk	Ilk bora o'tqazuvchi mikroskop (TEM) elektron mikroskop yaratildi (E.Rusk – 1986 yil Nobel mukofoti).
1931	Klark Devidson	Elektrostatik linzalar hossalari aniqlandi.
1931	R.Rudenberg	O'tqazuvchi mikroskop (TEM) elektron mikroskopga patent olindi.
1934	Myuller Drayst	Nurli mikroskopda ko'ra katta kattalashtirish darajasiga erishildi.

1935	Maks Knollem	Birinchi skanerli mikroskop yaratiladi
1938	Manfred fon Ardenne	Birinchi skaner qiluvchi elektron mikroskop quriladi (SPEM - faqat juda yupqa namunalarni o'rganishga imkoniyat beradi)
1939	B.Boris, E.Rusk	Ilk bora elektron mikroskop ishlab chiqarildi.
1942	V.K.Zvorykin (Prinstonda "Radio Corporation of America"), Charlz Otli (Kembridj Universiteti professori), R.L. Sander (Kembridj Universiteti talabalari)	Skanerli elektron mikroskopning prototipi yaratiladi.
1948-1952	Dennis MakMillan va Charlz Otli	SEM1 yoki skanerlash elektron mikroskopi 1 quriladi (kattalashtirish darajasi – 50 nm, 3D tasvir).
1960 yillar		Skanerli elektron mikroskoplarni ishlab chiqarish boshlandi.
1979	Gerd Binning va Genrix Rorer	Skanerli rastro tunnel mikroskopi yaratiladi (atomar darajada tahlil imkoniyati). (1986 yil Nobel mukofoti).

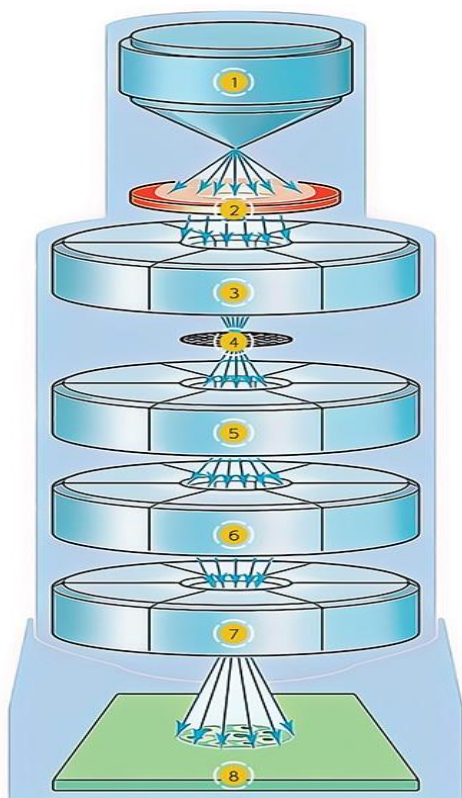
Nazariy jihatdan bunday mikroskoplarda 10 nm gacha, amaliy jihatdan esa 50-100 nm zarrahalarini ko'rish mumkin.



17-rasm. Optik mikroskop, O'tkazuvchan (TEM), Skanerli (SEM), Skanerli proba elektron (SPM) mikroskoplarda tasvir hosil qilish farqlari.

Elektron mikroskopdagi elektronlar oqimi termoelektron emissiya yoki avtoelektron emissiya yordamida yaratiladi. Termoelektron emissiyada **volframdan simi yoki lantan geksaboridi LaB_6 monokristalining** yuqori haroratda qizdirilishi natijasida (2500-2800 °C) undan elektronlar ajrab chiqishi kuzatiladi (19-rasm). Keyin elektronlar yuqori potentsial farq bilan tezlashadi va elektromagnit (yoki kamroq tarqalgan elektrostatik) linzalar yordamida namunaga yo'naltiriladi. Namuna orqali o'tadigan elektron nuri moddaning elektron zichligi, kristall fazasi va davriyligi to'g'risidagi ma'lumotlarni o'rganishda; bu ma'lumotlar asosida tasvirni shakllantirishda ishlatiladi.

O'tqazuvchi elektron mikroskop tarkibiy qismlari (18-rasm):



O'tqazuvchi elektron mikroskoplar (TEM) quyidagi tarkibiy qismlarni o'z ichiga oladi.

➤ **Vakkumlash tizimi** - havoni olib tashlash va shu bilan elektronning o'rtacha erkin harakatlanish yo'lini uzaytirish;

➤ **Elektron pushka (1)**: Elektron projektori yoki elektronning oqimini (nurini) ishlab chiqaradigan elektron pushka - Katod;

➤ Elektronni tezlashtirish uchun **yuqori kuchlanish manbai (anodlar) (2)**;

➤ **Elektromagnit linzalar to'plami (3)** (va ba'zan elektrostatik plitalar) - elektron nurni boshqarish uchun;

➤ **Predmet stoli (4)**, namuna ushlagichi, ushlagich va vakuum qulflarining holatini o'zgartirish mexanizmlari;

➤ **Aperturalar (5)** - Elektron nurining tafovutini cheklovchi teshiklar;

➤ **Ob'ektiv linzasi (6), projektor linzasi (7)**

➤ **Ekran (8)** - tasvir proektsiya hosil qilish uchun (yoki raqamli tasvir detektorlari).

<https://oyla.xyz/article/iz-cego-sos-toit-elektronnyj-mikroskop>

18-Rasm. O'tqazuvchi elektron mikroskop tarkibiy qismlari.

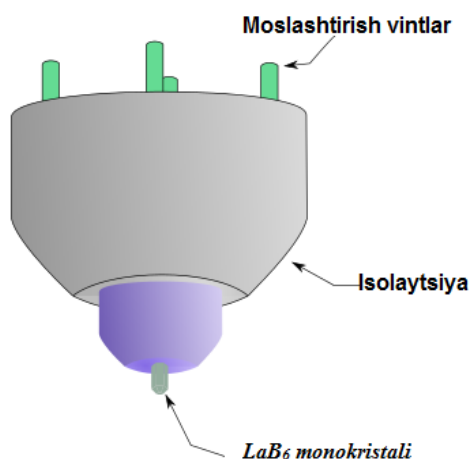
Termoelektron pushka ishlash tartibi (19-rasm): Wolfram simi yoki lantan geksaborid monokristali qizdirilganda undan elektronlar

o'tib chiqariladi (chiqaradi) (termik emissiya). Siljish kuchlanis natijasida elektronlar (tezlikning kuchlanishi) tezlashadi va Venelt tsilindri teshigidan elektronlarning asosiy qismi o'tadi. Chiqish kuchlanishini o'zgartirish orqali emissiya oqimini sozlash mumkin. Ikkilamchi kuchlanish qancha katta bo'lsa, elektron chiqaradigan katod qismining maydoni qanchalik kichik bo'lsa, emissiya oqimi shunchalik past bo'ladi.

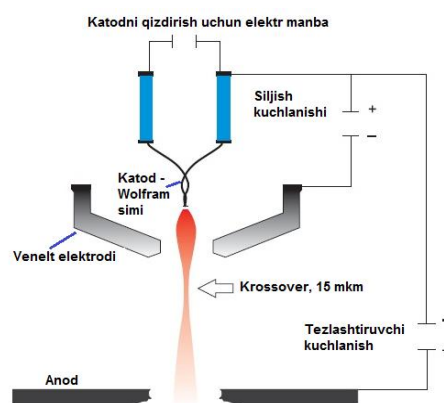
Venelt tsilindrining teshiklari (teshigi) orqali o'tadigan elektronlar mikroskopning optik tizimidagi elektronlarning virtual manbai bo'lgan krossover deb ataladigan joyda kesishadi.

Termoelektron pushka uchta elementdan iborat bo'ladi:

- katod (filament);
- Venelt silindri;
- anod.



Elektronlar manbasi - LaB₆ monokristali
Chiqish ishi - 2,4 eV
Harorat 1700 °C
Tok zichligi 100 A/m²
Ishlash muddati -1000 soat

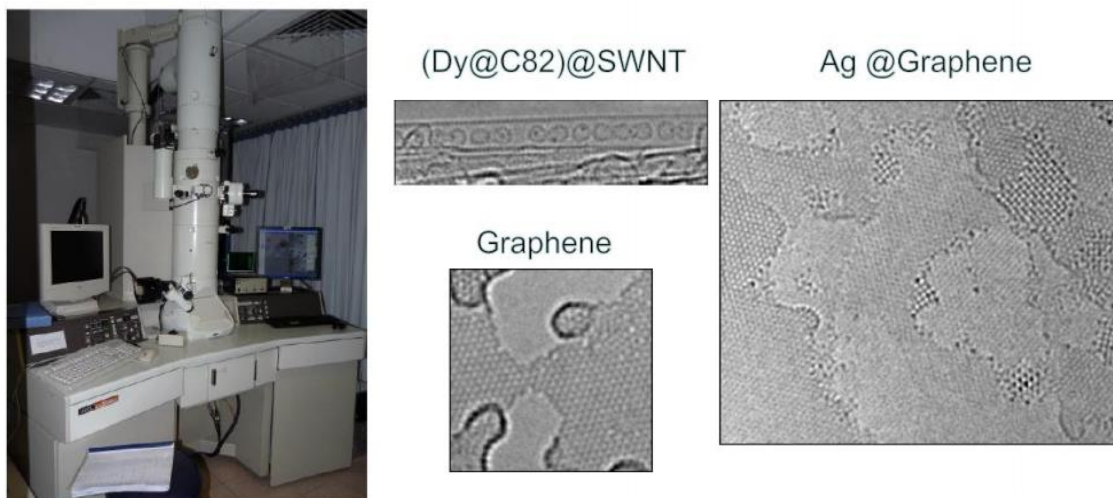


Elektronlar manbasi - W simi
Chiqish ishi - 4,5 eV
Harorat 2700 °C
Tok zichligi 5 A/m²
Ishlash muddati - 30-100 soat

19-rasm. Elektron mikroskopda qo'llanadigan elektron pushka turlari.

Qattiq moddalar tahlil qilinganda yupqa namuna tayyorlash kerak boladi (optimal qalinlik- 10-100 nm). Nanokukun, nanotrubka va nanozarrachalar tahlil qilinganda ular tahlil setkasi ustiga qoplama sifatida tayyorlanadi (setkaning o'rtacha diametri 3 mm tashkil etadi).

O'tqazuvchi elektron mikroskop afzalliklari: yuqori katta-lashtirish darajasiga ega - 0,05 nm gacha bo'lgan kristallardagi zar-rachalarni, ba'zida aloxida atomlarni; kristal panjara tuzilishi, nuqson-larni, zarracha va nuqsonlarni olchamlarini, nanokukun, nanotrubka va nanozarrachalarni o'rganishga imkoniyat beradi (20-rasm).



20-rasm. O'tqazuvchi elektron mikroskop tashqi korinishi va olin-gan mikro-tasvirlar.

O'tqazuvchi elektron mikroskop kamchiligi: o'rganilayotgan namunani yuzasi va tekisliklarni o'rganishga imkoniyat bermaydi; yupqa namuna tayyorlashda buzilish holatlari yuzaga kelishi mumkin; yuqori darajadagi vakuumni talab qiladi.

4.3. Rastro nurli elektron mikroskoplar (Skanerli elektron mikroskoplar, Scanning Electron Microscope, SEM)

Yirik obyektlarni tadqiqot qilishga mo'ljallangan rastro elektron mikroskopi, kuchlanishi 150 kV bo'lgan rastro elektron mikroskopi, katod-lyuminessent obyektlarni tekshiruvchi rastro elektron mikroskopi, televizion tasvirli ultra tovushli mikroskop va boshqalar kiradi.

Skanerli elektron mikroskoplar yuqori (0,4 nanometrgacha) fazoviy piksellar soniga ega bo'lgan **ob'ekt yuzasi tasvirini** olish uchun mo'ljallangan elektron mikroskop hisoblanadi, shuningdek tashqi sirt qatlamlarining tarkibi, tuzilishi va boshqa ba'zi xususiyatlarni o'rganishga imkoniyat beradi. Elektron nurning o'rganilayotgan ob'ekt tashqi sirti yoki yuzasi bilan o'zaro ta'siri printsiptga asoslanadi.

Zamonaviy SEM keng miqyosdagi kattalashtirishni 3-10 martadan (ya'ni kuchli linzalarini ko'paytirishga teng) to 1 million marotaba kattalashtirishga imkon beradi, bu eng yaxshi optik mikroskoplarning kattalashtirish chegarasidan 500 baravar ko'p hisoblanadi.

Bugungi kunda skanerlash elektron mikroskopining imkoniyatlari fan va sanoatning deyarli barcha sohalarida, geologiya, biologiyadan materialshunoslikka qadar qo'llaniladi. Turli xil detektorlar bilan jihozlangan bir qator firmalar tomonidan ishlab chiqarilgan juda ko'p SEMning turli xil dizayn va turlari mavjud.

Birinchi elektron mikroskoplar (o'tqazuvchi mikroskop TEM) 1931 yillarda Maks Knollem, Ernst Rusk, Albert Prebuis va Dj.Hillerlar tomonidan yaratilgan edi. Lekin bu mikroskoplar faqat yupqa qatlamdan iborat namunalarni o'rganishga imkon bera olgan.

Maks Knollem 1935 yillarda Germaniyaning Telefunken kompaniyasiga ishga o'tadi va katod naychali televizorlar ustida tadqiqotlar olib boradi. Ushbu yillarda u skaner qiluvchi elektron mikroskopning barcha kerakli xususiyatlarini simulyatsiya qilgan elektron naycha analizatorini yoki "elektron nur tekshirgichini" ishlab chiqadi: namuna shisha naychaning bir tomonida joylashtirilib, ikkinchi tomonida elektron pushka joylashtiriladi. Shunda 500 dan 4000 Voltgacha kuchlanish bilan tezlashtirilgan elektronlar namunaning yuzasiga qaratiladi. Yorug'lik namunaning sirtini sekundiga 50 ta tasvir tezligida skanerdan o'tkazadi va namunadan qaytgan elektronlar oqimini o'lchash natijasida uning yuzasi tasvirini tiklashga imkoniyat yaratiladi. Ushbu printsiptan foydalangan **birinchi skanerli mikroskop 1935 yilda yaratiladi.**

1938 yilda nemis mutaxassisi Manfred fon Ardenne birinchi skaner qiluvchi elektron mikroskopni quradi, lekin bu mikroskop faqat juda yupqa namunalarni o'rganishga imkoniyat beradi. Bu uskuna o'tkazuvchan mikroskopni rivojlangan turi bo'lib, uni SPEM deb ataladi. SPEM tomonidan olingan birinchi tasvir ZnO kristalini 8000 marotaba kattalashtirilgan tasviri 400x400 piksel o'lchamdagi rastrdan tayyorlangan va uni yig'ish uchun 20 daqiqa vaqtni sarf etilgan.

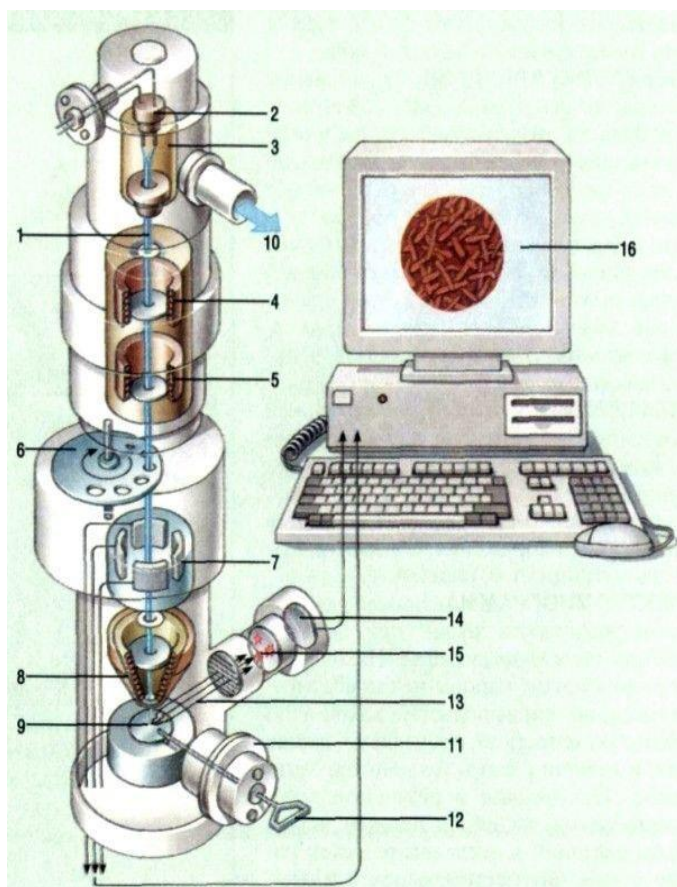
Skanerli elektron mikroskopning prototiplari 1942 yilda bir guruh amerikalik olimlar V.K.Zvorykin (Prinstonda "Radio Corporation of America" korxonasida faoliyat yuritgan), Charlz Otli (Kembridj Universiteti professori) va R.L. Sander (Kembridj Universiteti talabalari) tomonidan yaratilgan. Ob'ektning mikro surati televizor tizimi yordamida tasvirlangan.

1948 yilda Dennis MakMillan elektron mikroskop konfiguratsiyasi ustida ish olib boradi va 1952 yilda Charlz Otli bilan birgalikda birinchi SEM (SEM1 yoki skanerlash elektron mikroskopi 1) ni quradi. Bu asbob 50 nanometr gachan kattalashtirish darajasi va eng muhimi namunaning rel'efini o'rganishga va namuna yuzasini uch o'lchovli ta'sirini (3D) olishga imkon yaratadi. Bu barcha zamonaviy SEM larning o'ziga xos asosiy xususiyati hisoblanadi.

Skanerli elektron mikroskop ishlash tartibi (21-rasm): Elektron oqimi (1) elektron pushkadagi (3) qizdirilgan volfram katodi (2) tomonidan yaratiladi va yuqori (4) va pastki (5) elektromagnit linzalar yordamida yo'naltiriladi. Keyin elektron aylanma teshikdan (6) va ko'rish sathidan (7) o'tib, o'rganilayotgan namunaga (9) proektsion linzalar (8) tomonidan yo'naltiriladi.

Butun jarayon vakuumda davom etadi, havo nasos (10) bilan chiqariladi. Yorug'likni butun ob'ekt orqali o'tishi uchun yo'naltiradigan skanerlash katushkaning ishlashi kompyuter tomonidan boshqariladi. Namuna havo kamerasiga (11) joylashtiriladi va qo'l bilan kerakli joyga (12) o'rnatiladi.

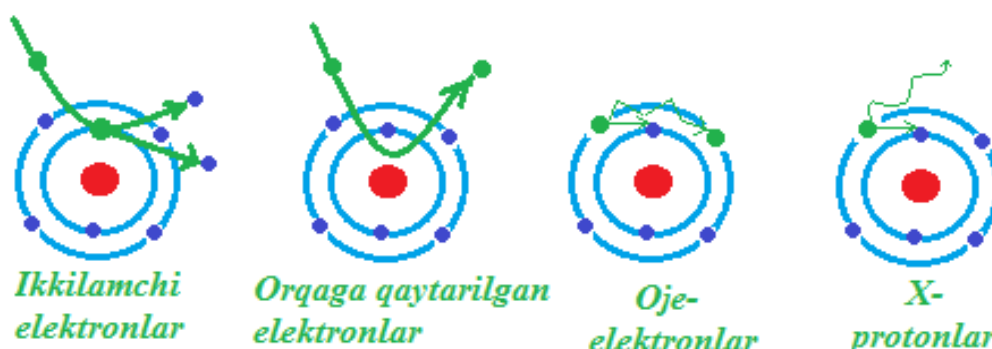
O'rganilayotgan ob'ektning tasviri ob'ektdan (13) aks ettirilgan elektronlarning o'rganish natijasida paydo bo'ladi. Ushbu elektronlarning harakati ob'ekt yuzasining shakli bilan bog'liqdir; ularning aniqlanishi detektorning (14) fluorestsent nishoniga (15) urilganda sodir bo'ladi. Olingan rasm kompyuter ekranida (16) aks etadi.



- 1 - Elektron oqimi;
- 2 - volfram katodi;
- 3 - elektron pushka
- 4-5- yuqori (4) va pastki (5) elektromagnit linzalar;
- 6 - aylanma teshik;
- 7 - ko'rish sathi;
- 8 – proektsion linzalar;
- 9 -o'rganilayotgan namuna;
- 10 – nasos;
- 11 - havo kamerasi;
- 12 – namuna joylashtirish.
- 13 - ob'ektdan aks ettirilgan elektronlar;
- 14 – detektor;
- 15 - fluorestsent nishon;
- 16 - kompyuter ekranii.

21- rasm. Zamonaviy skanerli elektron mikroskopning (SEM) ishlash tartibi.

Elektronlar namuna material bilan o'zaro ta'sirlashib, turli xil signallarni hosil qiladi: ikkilamchi elektronlar, orqaga qaytarilgan elektronlar, Oje-elektronlari, rentgen nurlari, yorug'lik nurlari (katodlyumenestsensiya) va boshqalar. Ushbu signallar namunaning topografiyasi va materiallari haqida ma'lumot beradi (22-rasm).



22-rasm. Elektronlar material bilan o'zaro ta'sirlashivi.

Namuna atomlari bilan o'zaro ta'sirlashuv natijasida birlamchi elektronlar o'zlarining energiyalarining bir qismini namunaning elektronlariga o'tkazishi mumkin. Ushbu o'zaro ta'sir natijasida namunadan el-

ektron ajralib chiqishi mumkin. Bunday elektronlar **ikkinlamchi elektronlar** deyiladi. Bitta birlamchi elektron bir necha ikkilamchi elektronlar paydo bo'lishi uchun etarli energiya ega. Ikkinlamchi elektronlar kichik energiyaga ega (taxminan 50 eV) bo'lganligi sababli, ularning chiqishi faqat materialning sirt qatlamlaridan (10 nm dan kam) amalga oshadi. Kichik kinetik energiya tufayli bu elektronlar kichik potentsial farq bilan osonlikcha yonaltiriladi. Bu detektorlarning samardorligini sezilarli darajada oshirishga imkon beradi (maksimal miqdordagi elektronlarni to'plash) va signalning shovqin darajasi va 1 nm dan yuqori piksellar soniga ega yuqori sifatli tasvirlarni olishga imkoniyat beradi. Shuning uchun ikkilamchi elektronlar signallari namunaning topografiyasini o'rganish uchun ishlatiladi.

Skanerli elektron mikroskopning asosiy qismlari:

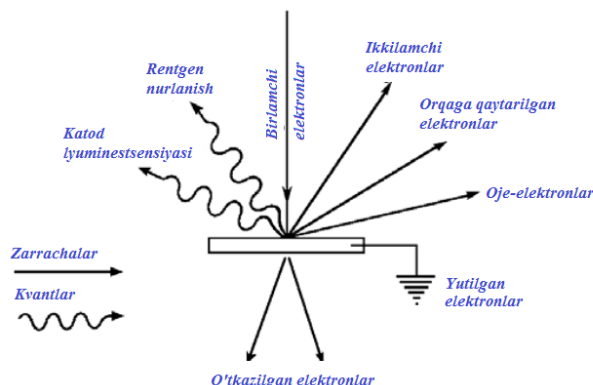
- Elektron pushka;
- Elektron kolonna (vazifasi -namunaning yuzasida yuqori yo'naltirilgan o'rta energiyali elektronlar oqimini (200 eV - 50 keV) hosil qilish);
- Vakuum tizimi ;
- Predmet stoli (namunani kamida uchta yo'nalishda harakatlantirishga imkon beradigan stol);
- Maxsus detektorlar - Elektronlar ob'ekt bilan o'zaro ta'sirlashganda bir nechta turdagi signallar paydo bo'ladi, ularning har biri maxsus detektor tomonidan yozib olinadi. Shunga ko'ra, mikroskop tomonidan ishlab chiqarilgan tasvirlar turli xil signallar yordamida, ko'pincha bir vaqtning o'zida bir nechta signallardan foydalangan holda qurilishi mumkin (masalan, ikkilamchi elektronlardagi rasm, aks ettirilgan elektronlardagi rasm, rentgen tasviri (xarita)).

SEM detektorlari o'zaro ta'sirlashuv paytida hosil bo'ladigan nurlanishni va elektron zondning namuna bilan o'zaro ta'siri natijasida energiyani o'zgartiradigan zarrachalarni tanlash va tahlil qilish imkonini beradi.

SEM ishlashi davomida hosil bo'lgan va aniqlanadigan asosiy signal turlari (23-rasm):

- ikkilamchi elektronlar (rel'ef rejimi)
- aks ettirilgan elektronlar (o'rtacha atom raqami bo'yicha kontrast holati, shuningdek, rel'ef rejimi)

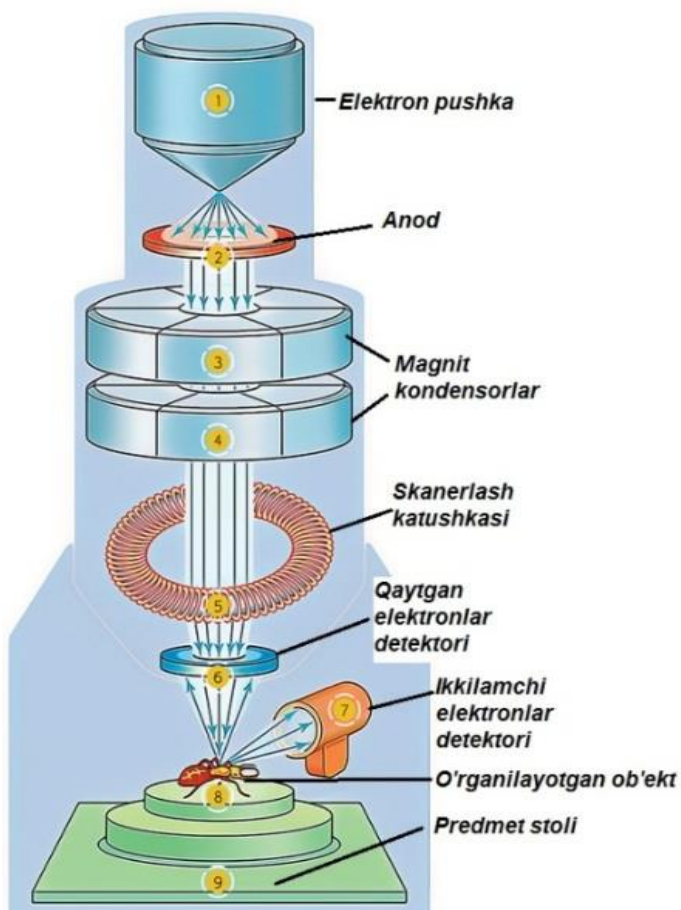
- o'rnatilgan STEM pristavkali bo'lsa, namunadan o'tgan elektronlar (ko'pincha organik ob'ektlarni o'rganish uchun ishlatiladi)
- ikkilamchi elektronlar difraksiyasi (DOE)
- namunadagi tok yo'qotish (yutilgan elektron detektori)
- namunadan o'tgan oqim (o'tkazilgan elektronlar detektori)
- xarakterli rentgen emissiyasi (rentgen-spektral tahlil)
- yorug'lik signali (katod-luminestsensiya usuli).



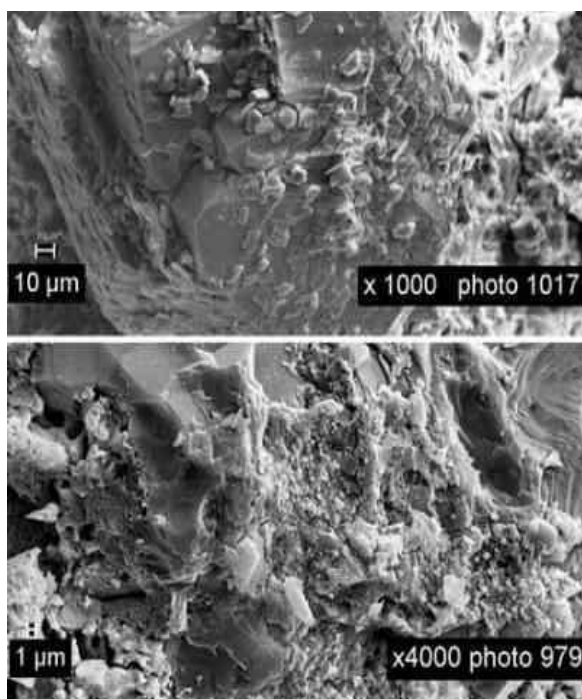
23-rasm. SEM ishlash davomida hosil bo'ladigan signal turlari.

Odatda SEM usulida namunani sirt tuzilishi haqida ma'lumot olish uchun ikkilamchi va / yoki aks ettirilgan (orqaga qaytarilgan) elektronlar yozib olinadi (21-23 rasmlar). Ikki lamchi elektronlardagi kontrast asosan sirt topografiyasiga bog'liq, aksincha aks ettirilgan elektronlar elektron zichlikning tarqalishi to'g'risida ma'lumotga ega (atom raqami yuqoriroq element bilan boyitilgan hududlar mikrotasvirda yanada yorqinroq ko'rinadi). Shuning uchun, ikkilamchi bilan bir vaqtda hosil bo'ladigan orqaga qaytarilgan elektronlar namunaning sirt morfologiyasi va tarkibi haqida ma'lumotlar bera oladi.

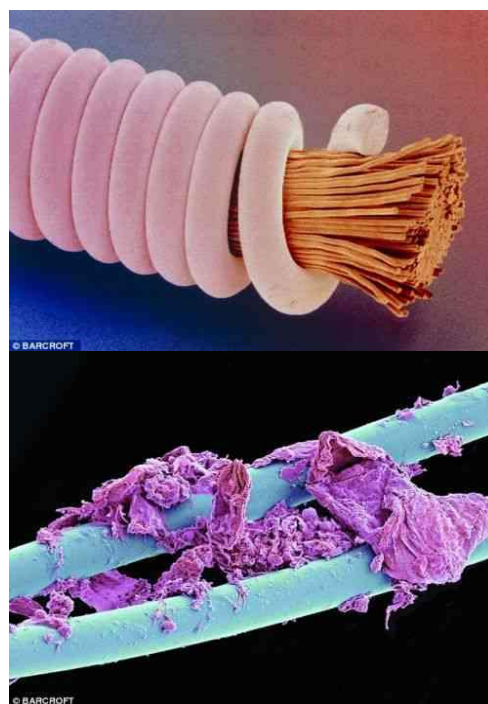
Namunani elektron oqimi bilan nurlantirish nafaqat ikkilamchi va aks ettirilgan elektronlar paydo bo'lishiga, balki xarakterli rentgen nurlanishining hosil bolishiga ham olib keladi. Ushbu nurlanishning tahlili namunaning mikro-hajmida elementar tarkibini aniqlashga imkon beradi (yirik namunalar uchun kattalashtirish darajasi yuqori bo'lmaydi va odatda 1 mk dan oshmaydi, 25-27-rasm).



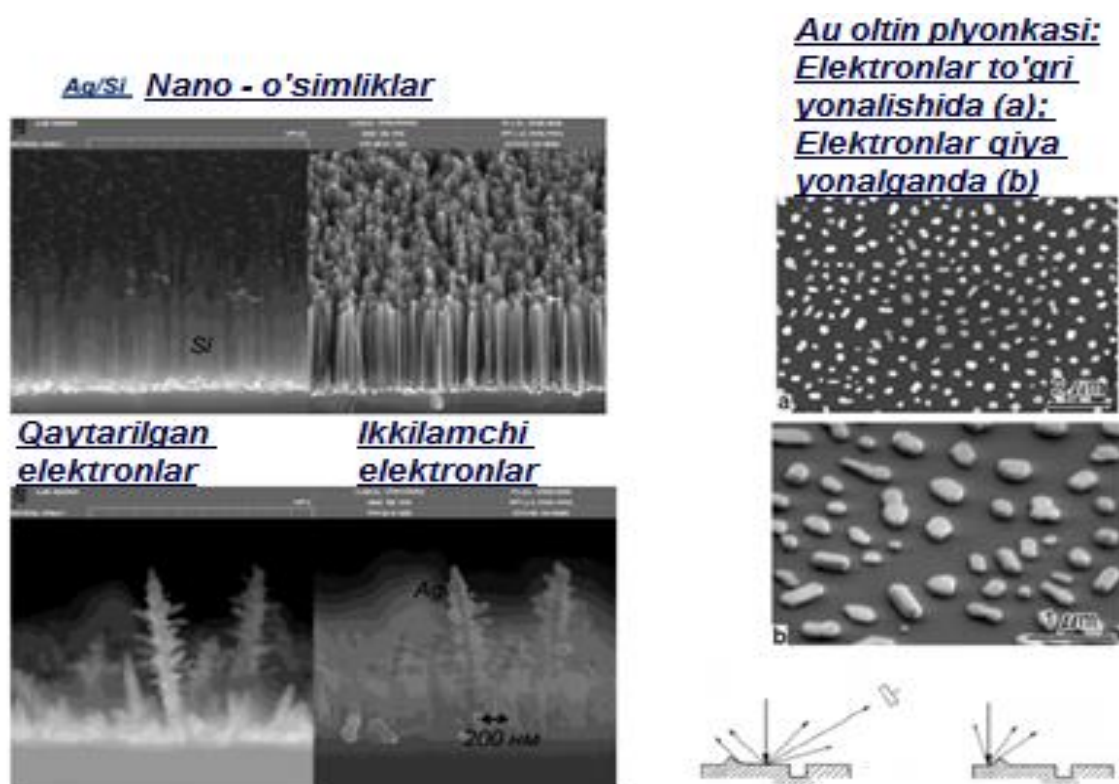
24-rasm. Skanerli elektron mikroskopning tuzilishi va tashqi korinishi.



25- rasm. Elektron mikroskopda olingan minerallar tasviri.



26- rasm. Ip tolasi va gitaring ipi elektron mikroskopda ko‘rinishi.



27-rasm. Skanerli elektron mikroskopda Ag/Si kompositi (“Nano-osimlik”) va Au plyinkasini orolsimon tuzilishi mikro-tasvirlari.

Skanerli elektron mikroskopiya uchun namunalar tayyorlash:

- Metall namunalar asosida metallografik shliflar olinadi: namuna yuzasi shlifovka qilinadi, uning yuzasida rel’ef bo’lishi ruxsat etilmaydi; namunada mavjud bo’lgan elementlar bilan shlifovka qilish ta’qiqlanadi; asosan metall namunalar olmos abrazivlari bilan ishlov beriladi (bunda namuna tarkibida Al, Cr eki Si bo’lsa, an’anaviy xrom oksidi, alyuminiy oksidi eki kremniy karbidi asosida polirovka kukunlari qo’llash ta’qiqlanadi);
- Shlif tayyorlashda plastmassa qo’llanilsa, uni to’liq namuna yuzasidan olib tashlash tavsiya etiladi;
- Tok o’tkazmaydigan (silikat) namunalar yuzasiga yupqa elektr o’tkazuvchan modda qoplama ko’rinishida purkaladi (5 nm qalindlikdagi C, Au eki Al plyonkasi). Odatda qoplama uchun qimmat va defitsit bo’lmagan grafitdan foydalaniladi.

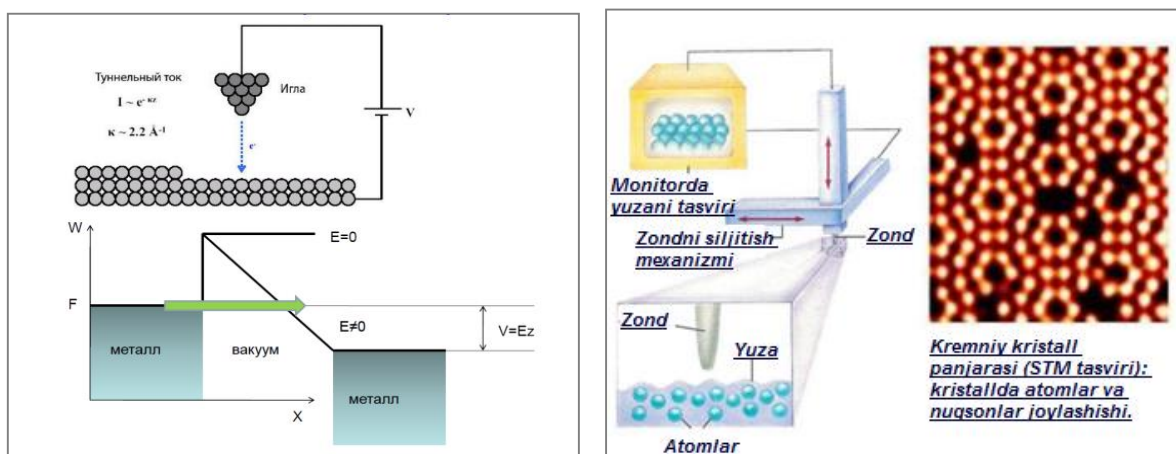
Skanerli elektron mikroskopning afzalliklari: ikkilamchi elektronlar yo’rdamida yuqori kattalashtirishga ega bo’lish mumkin - 0,5-10 nm zarrachalarni o’rganish mumkin, namunani tashki sirti topografiyasini, 3D-tuzilishini (27-rasm), yuzadagi nuqsonlarni, zarrachalar

o'lchamlari, tuzilishi va jiylashishi, qatlamlar aro oblastlarni o'rganishga imkoniyat beradi.

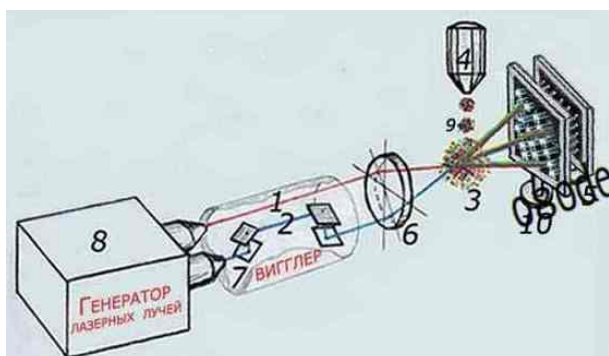
Skannerli elektron mikroskopning kamchiliklari: tahlil uchun yuqori vakuum talab etiladi; namunalar yuzasi tekis bo'lishi shart.

4.4. Rentgen mikroskopiyasi va mikrozondd tahlili.

Rentgen proyeksiyalı mikroskop, rentgenli topografiya, elektron-zondli rentgen mikroanalizatori (28-31 rasmlar), ion-zondli mass-spektral mikroanalizator va boshqalar bu guruhga kiradi.



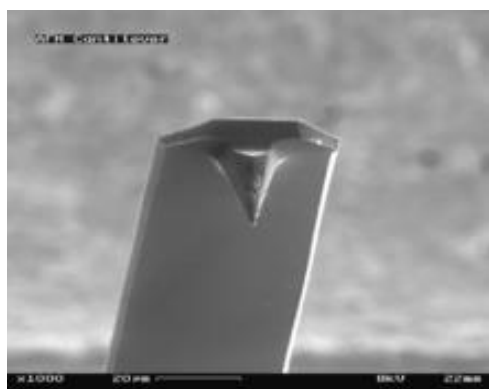
28-rasm. Skanerli tunnel elektron mikroskopi ishlash tartibi va olingan mikrotasvirlar.



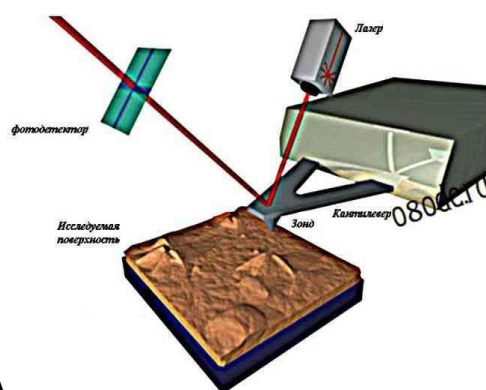
29- rasm. Lazerli rentgen mikroskopi.



30- rasm. Jeol Elektron-zond mikroskopi.



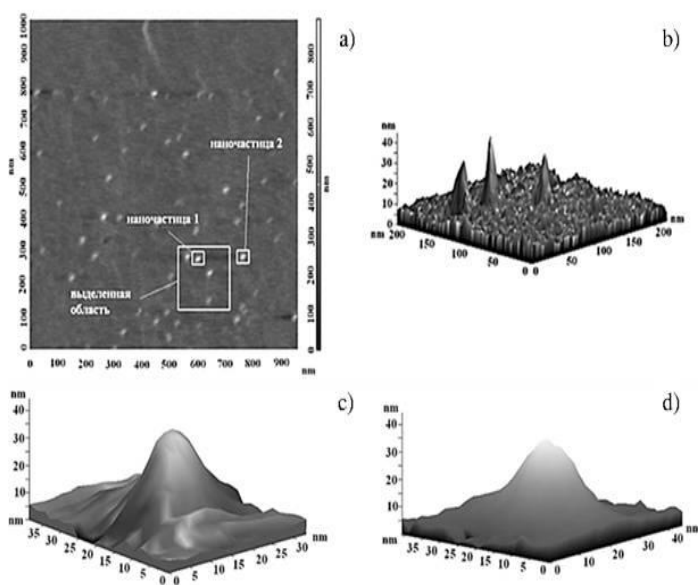
A



B

31-рasm. Микро -зондning ko‘rinishi (A) va ishlash prinsipi (B).

Микрозонд тahlili material yuzasi rel'efini va uni tashkil etuvchi elementlarni, kimyoviy birikmalarni aniqlashga imkoniyat beradi. Misol tariqasida 32-rasmда keltirilgan кварс qumidan olingan texnik SiO_2 ni микрозонд bilan tekshirish natijalari keltirilgan.



32-рasm. Амorf SiO_2 (кварс qumsidan olingan) yuzasi:

a) nanozarrachalarning guruxlarini 2D tekislikda ko‘rinishi;

b) nanozarrachalarning guruxlarini 3D tekislikda ko‘rinishi;

c), d) 1 va 2-nanozarrachalarning 3D tekislikda ko‘rinishi. (Atom-kuchlanishli elektron микрозонд микроскопи SOLVER P47).

4.5. Рентген спектрал тahlil

Рентген nurlari kashf etilishidan ozginadan so‘ng, CH. Barkla (1877-1944) tarafidan katta energiyaga ega bo‘lgan рентген nurlanish natijasida moddada ikkilamchi flyuoressen рентген nurlanish paydo bo‘lishi aniqlangan.

Bregg tarafidan yaratilgan rentgen spektrometr esa moddalarni spektrokimyoviy tahlil qilish usullariga imkoniyat yaratib beradi. Ammo birinchi paytlarda tekshirilayotgan modda rentgen trubkasini anodi sifatida joylashtirilganligi uchun, namunani tayyorlash ancha murakkab jarayon edi. Shuning uchun oddiy kimyoviy usullar qo'llanilishi mumkin bo'lmagan xolatda faqat undan foydalanilar edi.

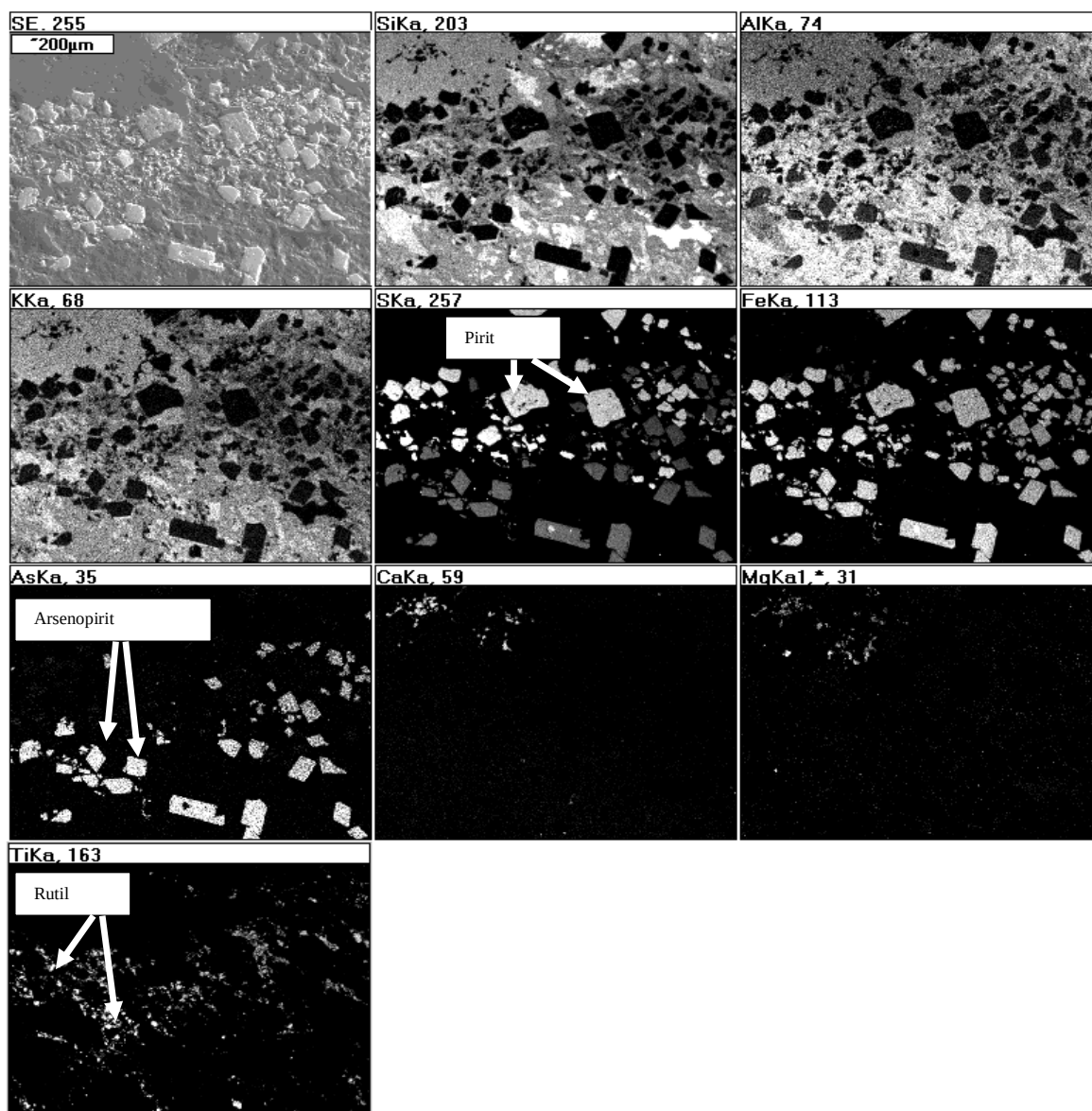
1923 y. Xeveshi va D. Koster tarafidan yangi kimyoviy element – gafniy ochildi, bu esa usulning keskin rivojlanishiga olib keldi. Rentgen spektral usulning asosiy afzalliklari – tezkorligi, tahlilni namunani buzmasdan aniqlash va tahlilning avtomatlashtirish mumkinligidir.

Bu usul atom raqami 11 (natriy) dan yuqori bo'lgan barcha kimyoviy elementlarni miqdoriy va sifat tahlil qilishga imkon beradi.

Asosan kimyo maxsulotidagi eng muxim komponentlarni aniqlashda qo'llaniladi. Tahlilning imkoniyatlari: konsentratsiyasi 0,1-100% miqdorigachan atom raqami 11 (natriy) dan yuqori bo'lgan xamma kimyoviy elementlar, ba'zi vaqtlarda 0,005% konsentratsiyali elementlarni aniqlash xam mumkin.

33-rasmda energo-dispersion element analizator (Oxford Instruments, Buyuk Britaniya) bilan ta'minlangan Carl Zeiss elektron skanerli mikroskop (Carl Zeiss, Germaniya)da Taskazgan kvarts-grafitli namunalarning elektron-mikrozond tahlili natijalari keltirilgan.

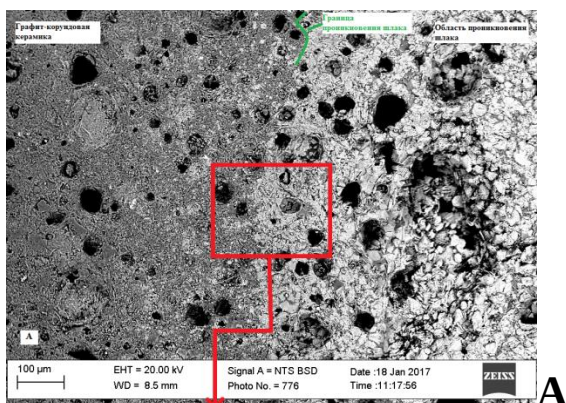
Mikro-tasvirlar (33-rasm) asosida namunaning asosiy ko'rinishi (SE, 225), hamda Si, Al, K, S, Fe, As, Ca, Mg, Ti elementlarini mineral yuzasida tarqalishini o'rganish mumkin. Asosiy minerallar sifatida kvarts va alyumosilikatlar; oz miqdorda pirit, arsenopirit, rutil mineral-lari mavjudligi aniqlangan. Mikrozon tasvirlarda Fe elementning 2 turdagi minerallarda uchrashini ko'rish mumkin: bazi kristallarda Fe bilan birga S mavjud (Pirit minerali), ba'zilarida esa S va As -bu arsenopirit minerali (minerallar mikrotasvirda ham rangi bilan farqlanadi).



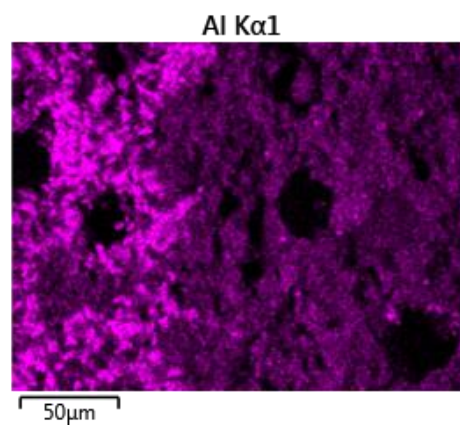
33-rasm. Taskazgan kvarts-grafitli namunalarning elektron-mikrozond tahlili.

34-rasmda keramik naminaning energo-dipersion element analizator (Oxford Instruments, Buyuk Britaniya) bilan ta'minlangan Carl Zeiss elektron skanerli mikroskopda bajarilgan kompleks tahlili natijalari keltirilgan. Bu namunada ikki turdagi soxa o'rtasidagi farqni o'rganish, hamda ushbu soxalarda Al, O, Si, Fe elementlarini taqsimlanishini ko'rish mumkin.

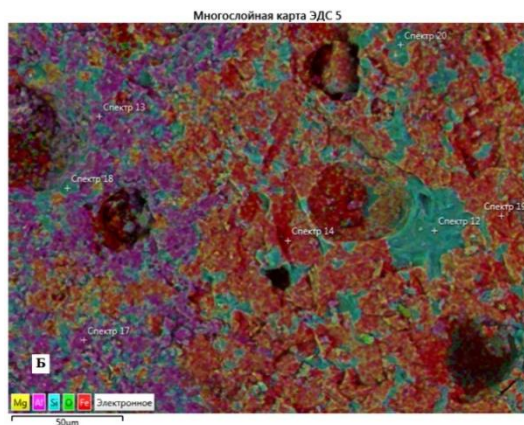
Tahlil natijalariga ko'ra 34-rasmdagi namunaning chap tarafi Al va C elementlariga boy bo'lib, mineralogik tarkibi asosan korund, grafit ba magniy alyuminati (shpinel) minerallaridan tashkil topgan. O'ng tomonida esa - temir tutgan minerallar asosiy qismni tashkil etishi



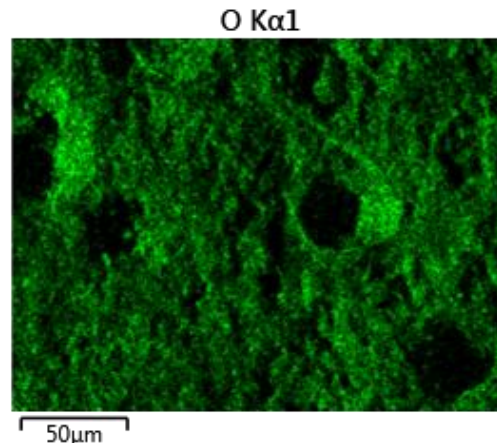
A



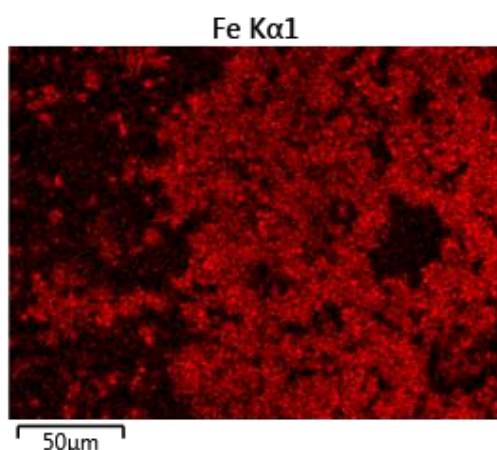
E



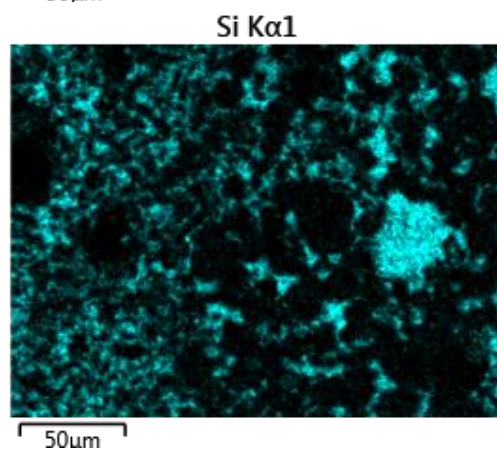
B



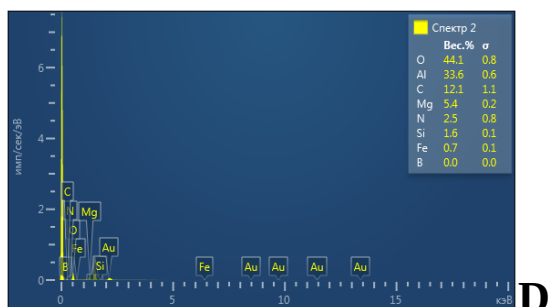
F



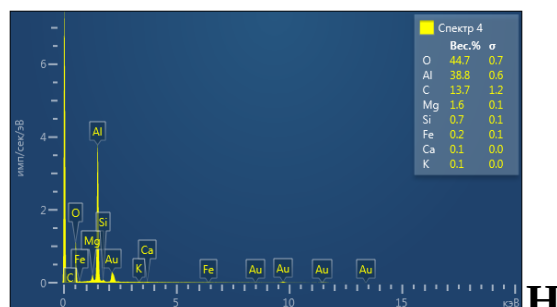
C



G



D



H

34-rasm. Keramik naminaning ko'p qatlamli haritasi (A-B); Al, O, Si, Fe elementlarini namuna yuzasida tarqalishi (C, E,F,G); alox-ida mineralning spektral tahlili (D, H). Carl Zeiss skanerli mikro-zondli mikroskopi* .

***Z.A.Babaxanova doktorlik dissertatsiya ishidan olingan**

aniqlangan va har bir o'rganilgan minerallar uchun element spektral tahlili bajarilgan.

4. Rentgen spektrometri 3 asosiy qismdan iborat :

- qo'zg'atish sistemasi (volfram yoki boshqa qiyin eruvchan metallardan yasalgan anodli rentgen trubka);
- tahlil sistemasi (kristall-analizatorlar);
- registratsiya sistemasi (Geyger schyotchigi yoki ssintillyatsion schetchik va registratsiya uskunasini).

5. Avtoelektron mikroskopiyasi. Avtoelektron mikroskop - zon-dli analizator toza yuzalar bilan ishlashga mo'ljallangan. Ular yordamida metall-plyonkali sistemalar o'rganiladi.

6. Avtoion mikroskopiyasi. Past haroratli avtoion mikroskopi - yuqori tasvirga ega atom zondi juda kichik bo'lakchalarning mikroskopi ko'rinishini fiksatsiya qilishga mo'ljallangan.

4.6. Elektron mikroskopik tahlildan foydalanish imkoniyatlari.

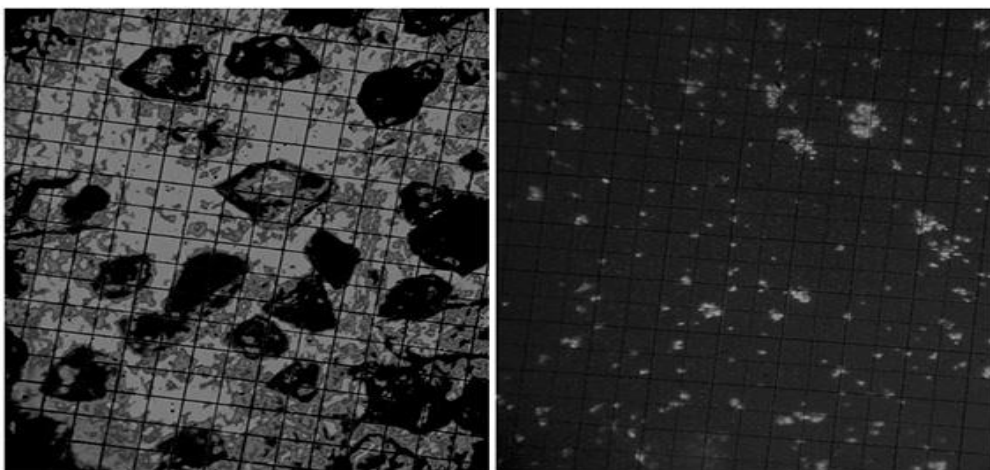
Keyslar.

Mikrofotografiya usuli orqali tasvir xujjat maqomini oladi. Shuning uchun ilmiy-tadqiqot, magistrlik, nomzodlik va doktorlik dissertatsiya ishlari olib borishda, solishtirish etalonlari tayyorlashda va korxona mahsulotlari sifatini tasvir orqali belgilashda ishlatishda u bebaxodir.

Barcha mikroskoplarga fotoapparatlar o'rnatish mumkin. Tasvir qaytgan va o'tuvchan nur asosida paydo bo'lishi va olinishi mumkin. Quyidagi rasmlarda o'ziga xos kristallarning mikrofotosuratlarini berilgan.

1 KEYS. Sementning maydalik darajasini tekshirish va ishlab chiqarishda maydalash uchun yangi uskuna qo'llash.

Optik mikroskopda sement maydalik darajasi tekshirilgan (35-rasm). Sement ikkita uskuna yordamida maydalanilgan va maydalangan kukunlar mikroskopda tahlil qilingan: Chap tarafda – sharli tegironda maydalangan sement, o'ng tarafda yangi uskuna - RIM-500 tegirmonida maydalangan sement zarrachalari tasviri.

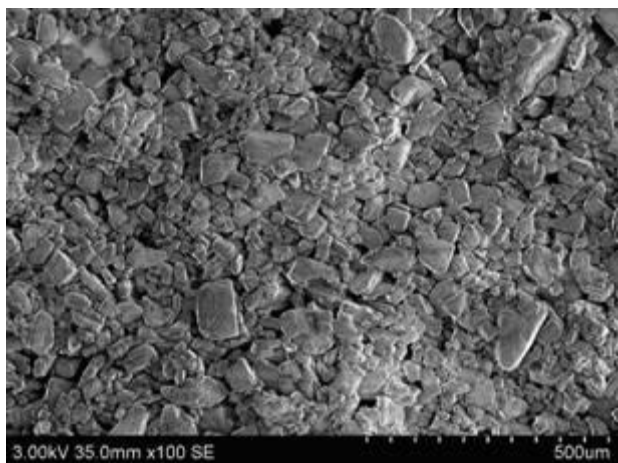


35-rasm. Sementning maydalik darajasini tekshirish (1 kletka – 30 mkmni tashkil etadi. Chap tarafd – sharli tegironda maydalangan sement, o‘ng tarafd yangi RIM-500 tegirmonida). RIM-500 uskunasida maydalangan sement kukuni o‘lchamlari 1-3 mkm tashkil etadi, aktivligi yuqori ko‘rsatkichlarga ega.

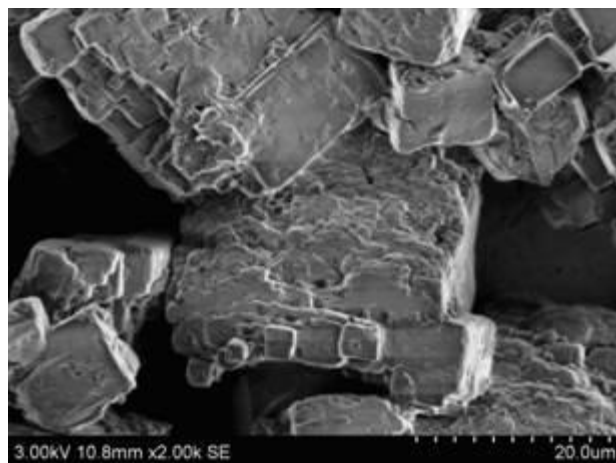
RIM-500 tegirmonida maydalangan sement maydalik darajasi 100 marotaba yuqori, demak sementning faolligi (qotish tezligi) oshadi va yuqori mustaxkam sement qisqa vaqtda hosil bo‘ladi. Natijada sement ishlab chiqarish korxonasi tomonidan yangi RIM-500 tegirmoni harid qilindi va ishlab chiqarishga joriy qilindi.

2 KEYS. Kaliy xlorid o‘g‘itini granulalash jarayonida muammolarni hal etish.

O‘g‘it sifatida keng qo‘llaniladigan KCl flotatsion usulda olinganda 90% gachan mayda zarrachali foydali komponent, undan tashqari 0,013% (130 g/t) amin RNH_3Cl borligi aniqlangan. O‘g‘itni granulalash masalasi murakkab kechkanligi sababli, uning mikrostrukturasi optik va elektron mikroskoplar yordamida o‘rganilgan va amin gidrofob xususiyatga egaligi aniqlangan. Birinchi o‘rinda “Uralkaliy” korxonasida ishlab chiqarigan KCl ni mikroskopik usuli yordamida o‘rganildi – 36- rasm A- optik mikroskop «Axio Imager» («Carl Zeiss» firmasi) va 36-rasm-B elektron- skanerli mikroskop «S-3400N» («Xitachi» firmasi). A- Rasmdan ko‘rinib turibdiki mineral donachalari noto‘g‘ri shaklida (xo‘llanishni qiyinlashtiradi).

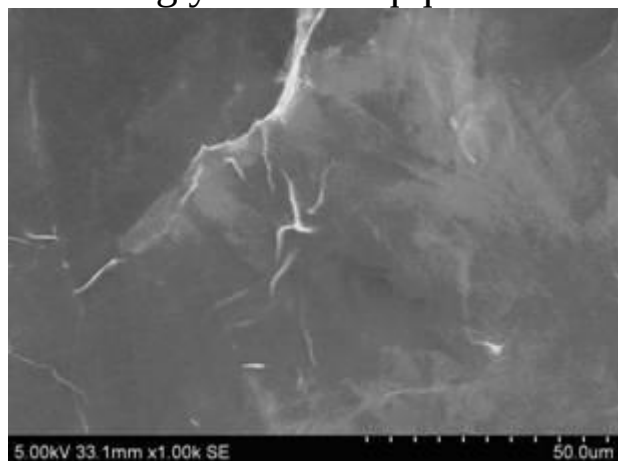


36-Rasm. A. 100X
kattalashtirilgan kaliy xloridi
changi minerallarining rasmi
(Axio Imager optik mikroskopi).

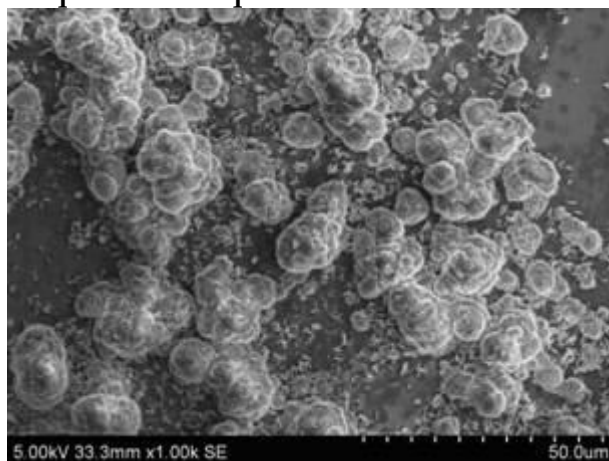


36-Rasm. B. 2000X
kattalashtirilgan kaliy xloridi
changi minerallarining rasmi (S-
3400N SEM elektron mikroskopi).

Gidrofob aminning mikroskopik usulda oʻrganilganda – 37- rasm A – uning yuzasi silliq qatlamni hosil qilishi aniqlandi.



37-Rasm A. Toza aminning
mikrotasviri.
 $T=25^{\circ}\text{C}$ (SEM, 1000X
kattalashtirish)

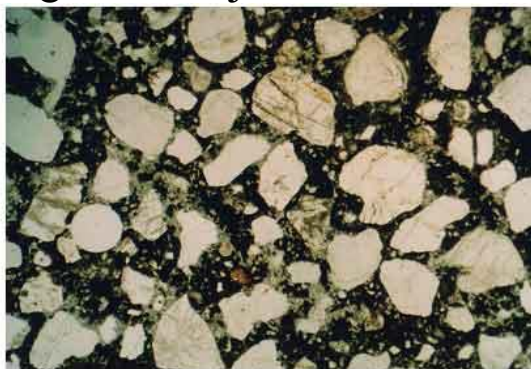


37-Rasm B. Amin qatlamini
natriy metasilikati bilan
ishlanganidan soʻng mikrotasviri.
 $T=25^{\circ}\text{C}$ (SEM, 1000X)

Silliq yuzani parchalash maqsadida kaliy xloridni natriy metasilikati bilan ishlanganda – 37-rasm B - amin u bilan reaksiyaga kirishadi va aminning qatlami buziladi, amin aloxida globulalarga ajraladi va KCl ning gidrofilligi keskin oshadi. Natijada KCl osonlikcha granulalar shaklida presslanadi va iste'molchiga qoshimcha yoʻqotishlarsiz etkazib beriladi.

3 KEYS. Magnezial sement tarkibini va kristallar o'lchani o'rganish.

Magnezial sement asosida olingan sementning mikroskopik usulda o'rganish. Kaustik magnezit (bog'lovchi modda):qum (to'ldirgich)=1:3 miqdorida qo'shilgan sement namunalari mikroskopik tahlil o'rdamida o'rganish natijalari 38-rasmda keltirilgan.



A. O'tqazuvchi nur, nikollar parallel xolda.



B. O'tqazuvchi nur, nikollar kesishgan xolda.

Qora rangdagi asosiy massa – magnezial sement, yirik donali oq rangli zarrachalar– dala shpatlari, tarkibida slyudalar tutgan qum minerallari.

Kattalashtirish darajasi 25^x.

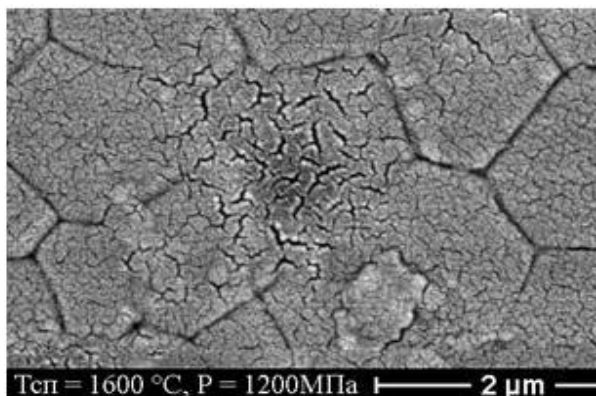
38-Rasm. Sement plitkasi mikrotasviri.

4 KEYS. Sirkonli texnik keramika materiallar sintez qilish sharoitlarini o'rganish va optimal sharoitlarni aniqlash.

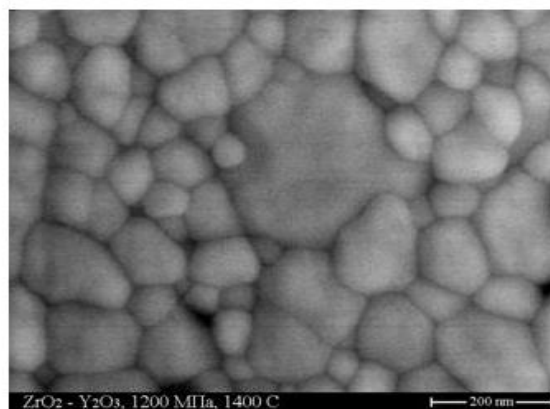
Sirkonli texnik keramika namunalari elektron mikroskopik tahlili yordamida o'rganish natijasida (39-rasm) texnologik jarayonni optimal parametrlari aniqlangan.

Jumladan, 39-rasm B da 1400 °Cda sintez qilingan keramik namunalarda zarrachalar shakllanish jarayoni kuzatilmoqda- kristallar shakli noaniq. 39-rasm A da 1600 °Cda sintez qilingan keramik namunalarda zarrachalar 2 mkm atrofida to'g'ri geksagonal shakldagi kristallardan iborat. Demak, optimal sintez qilish harorati 1600 °C ni tashkil qiladi. 39 (C va D) -rasmlarda zarrachalar o'lchamlari va namunadagi yoriqlar shakli, o'lchamlari elektron mikroskopik tahlil asosida aniqlangan. 39-Rasm C asosida ultradispers 80% ($ZrO_2 + 3\% Y_2O_3$) - 20% Al_2O_3 kukunining granulometrik tarkibi (zarrachalari o'lchamlari) aniqlangan: 2 % monolit kristallitlar- o'lchamlari 2...5 mkm; 30

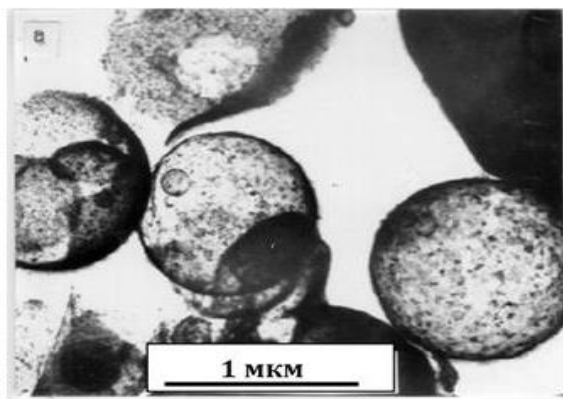
% - zich sferoidlar -diametri 0,1...1 mkm; 20 % bo'shliq sferoid diametri 0,2- 1,2 mkm; 48 % mayda aglomeratlar.



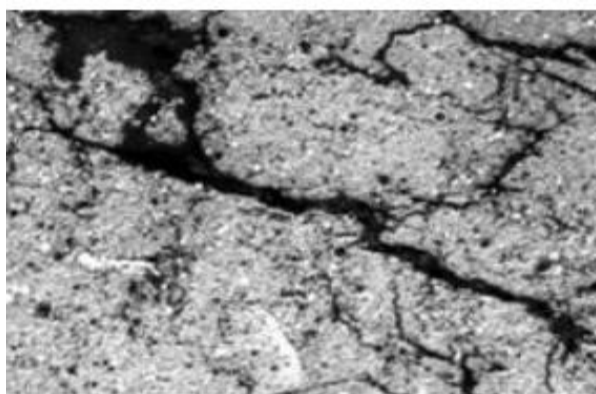
39-Rasm A. 1600 °Cda sintez qilingan keramik namunalarni elektron mikroskopik rasmlari (EVM-100 elektron mikroskopi).



39-Rasm B. 1400 °Cda sintez qilingan keramik namunalarni elektron mikroskopik rasmlari (EVM-100 elektron mikroskopi).



39-Rasm C. Ultradispers 80% ($ZrO_2 + 3\% Y_2O_3$) - 20% Al_2O_3 kukunning mikrotasviri.



39-Rasm D. Sirkonli keramik namunalarida 1600 °Cda yoriqlar paydo bo'lishi.

Mavzu bo'yicha nazorat savollar.

1. Elektron mikroskop termini nimani anglatadi?
2. Nanomateriallar va nanotexnologiyalar rivojiga end kata hissa qo'shgan fizik-kimyoviy tahlili usuli qanday? Javobni misollar (keysar) bilan izoxlab bering.
3. Materiallar strukturasi o'rganishda elektron mikroskopiya usulining turlari.
4. 39-rasmda keltirilgan moddalarda kristallar o'lchamlarini aniqlang. Kristallar o'lchamlari va gabitusiga asoslanib 39-rasm A-B rasmlardagi keramikani pishish jarayonini tavsiflab bering. Taxlilga ko'ra sirkonli keramikani pishish harorati qanday?

5. Metall rudalarni mikroskopik taxlilida qanday muammolar mavjud?
6. Mikroskopik tahlil usullarini so'lishtirin va natijalarni jadvalda ko'rsating:

Mikros- kop turi	SEM	TEM	EFM	STM	Optik mikros- kopiya
O'xshash tomonlari					
Farqli tomonlari					

Mavzuga oid testlar

1. Minerallarning optik xususiyatlari qanday asboblarda yordamida aniqlanadi?

- A. Rentgen trubka, diffraktometr.
- B. Derivatograf, spektrofotometr.
- C. DRON apparatlari.
- D. Polyarizatsion mikroskop, refraktometr, elektron mikroskop
- E. Infraqizil spektrometr

2. Elektron mikroskop turlari

- A. Skanerli, o'tkazuvchi, mikrozonddi
- B. Derivatograf, pirooskop
- C. Polyarizatsion, petrografik, metallografik
- D. IQ spektrometr, derivatograf, polyarograf
- E. Diffraktometr, polyarograf

3. Elektron mikroskopda elektronlar oqimi qanday hosil bo'ladi?

- A. Termoelektron emissiya yoki avtoelektron emissiya yordamida yaratiladi
- B. Moddaga yo'rug'lik nuri tushirilganda
- C. Namuna moddaga ma'lum kimyoviy reagentlar ta'sir etganda
- D. Rentgen trubkani qizdirganda
- E. Rentgen trubkani sovutganda

4. Termoelektron emissiya (elektronlar ajralishi) qachon kuzatiladi?

- A. Rentgen trubkani qizdirganda
- B. Namunani uzoq qizdirib, keyin maydalanganda

- C. Volfram simi yuqori haroratda (2500-2800 °C) qizdirilganda
- D. Moddaga yo'rug'lik nuri tushirilganda
- E. Rentgen trubkani sovutganda
- 5. Skanerli elektron mikroskopning imkoniyatlari**
- A. 0,5-10 nm zarrachalarni, namunani tashki sirti topografiyasini va 3D-tuzilishini o'rganish mumkin
- B. Yirik ob'ektlarni tashki sirti topografiyasini va 3D-tuzilishini o'rganish mumkin
- C. Namunani yutilish spektrlari boyicha element tarkibini aniqlash mumkin
- D. Namunani elektr-qarshiligini aniqlash mumkin
- E. Namunani termik va elektrik hossalarni aniqlash mumkin
- 6. O'tqazuvchi elektron mikroskop imkoniyatlari?**
- A. Yuqori kattalashtirish darajasiga ega, 0,05 nm gacha bo'lgan kristallardagi zarrachalarni, aloxida atomlarni, nanozarrachalarni o'rganish mumkin
- B. 0,5-10 nm zarrachalarni, namunani tashki sirti topografiyasini va 3D-tuzilishini o'rganish mumkin
- C. Namunani yutilish spektrlari boyicha element tarkibini aniqlash mumkin
- D. Namunani elektr-qarshiligini aniqlash mumkin
- E. Namunani termik va elektrik hossalarni aniqlash mumkin
- 7. O'tqazuvchi elektron mikroskop**
- A. Elektronlar oqimi vakuumli trubka ichida tezlik bilan xarakatni ta'minlovchi apparat
- B. Namunani o'tkazish spektrlarini o'rganuvchi apparat
- C. Namunani issiqlik effektlarini o'rganuvchi apparat
- D. Ultra yupqa namunalar orqali yuqori energiyaga ega bo'lgan elektron nurini o'tkazib uni tasvirini olish apparati
- E. Namunani elektr o'tkazuvchanligini o'rganuvchi apparat
- 8. Moddalarning nanostrukturasini o'rganadigan usullar**
- A. Mikroskopiya
- B. Rentgenografiya.
- C. Infraqizil spektroskopiya
- D. Termografik taxlil
- E. Mikrozonnd taxlili

9. Mikroskopning qanday turlari mavjud?

- A. Elektron, sinxro-pozitron mikroskop.
- B. Polyarostatik- polyarizatsion, Elektron.
- C. Derivatograf, pirooskop.
- D. Polyarizatsion, mikrozonnd, Elektron.
- E. IQ spektrometr, derivatograf, polyarograf

10. Mikrozonnd (rentgen-spektral) taxlil orqali qanday parametrlar aniqlanadi?

- A. Tekshirilayotgan modda va etalonning qattiqligi.
- B. Moddani kristallar tuzilishi va o'lchamlari, element va mineralogik tarkibi
- C. Modda va etalonning haroratini vaqt bilan bog'liqligi.
- D. Moddani va etalonning elektr sig'imi
- E. Tekshirilayotgan modda va etalonning zichligi.

11. Knollem va Rusk qanday fizik-kimyoviy usulni rivojlantirishiga o'z xissasini qo'shgan?

- A. Rentgen taxlil.
- B. Termik taxlil.
- C. IQ spektroskopik taxlil.
- D. Spektral taxlil.
- E. Elektron mikroskopik taxlil.

12. Namuna orqali o'tadigan elektron nuri moddaning elektron zichligi, kristall fazasi va davriyligi to'g'risidagi ma'lumotlar beradi. Bu qanday usul?

- A. Rentgenografik taxlil.
- B. Termik taxlil.
- C. Elektron-mikroskopik taxlil.
- D. Spektral taxlil.
- E. IQ spektroskopik taxlil.

13. Elektron pushka – bu nima?

- A. Elektron projektori yoki elektronning oqimini ishlab chiqaradigan qurilma
- B. Elektron oqimidan himoyalovchi qurilma
- C. Elektron oqimini sovituvchi qurilma
- D. Elektron qatlamlaridan tashkil etilgan qurilma
- E. Elektron qatlamlari va himoyasi qurilmasi

14. Elektron pushka qaysi uskunaning tarkibiy qismi?

- A. Skanerli, o'tkazuvchi, mikrozonali mikroskoplar
- B. Derivatograf, pirooskop, termograf
- C. Polyarizatsion, petrografik, metallografik mikroskoplar
- D. IQ spektrometr, derivatograf, polyarograf
- E. Diffraktometr, polyarograf

15. Nur sindirish kursatkichini aniqlashda qanday usuldan foydalaniladi?

- A. Termik taxlil.
- B. IQ spektroskopik taxlil.
- C. Mikroskopik taxlil.
- D. Polyarografik taxlil.
- E. Derivatografik taxlil

16. Yorug'lik nurlarini tushunchasi va to'lqin uzunliklari:

- A. Oq nurlar, to'lqin uzunliklari 0,1-0,5 mikron.
- B. Oq nurlar, to'lqin uzunliklari 1000 mikron.
- C. Oq nurlar, to'lqin uzunliklari 0,76 mikron - 1000 mikron.
- D. Murakkab tarkibli "Oq nurlar", to'lqin uzunliklari 0,40 mikron - 0,76 mikron.
- E. Rangli nurlari, to'lqin uzunliklari 1-10 mikron.

17. Ikkinlamchi elektronlar deb nima ataladi?

- A. Birlamchi elektronlar ta'sirida modda sirtidan ajralgan elektronlar
- B. Birlamchi elektronlarning modda sirtida yutilgan qismi
- C. Birlamchi elektronlarning modda sirtidan qaytarilgan qismi
- D. Birlamchi elektronlar oqimi
- E. Birlamchi elektronlar qoldig'i

18. Birinchi elektron mikroskoplarni (o'tqazuvchi mikroskop TEM) kim kash etgan?

- A. 1931 yil - Maks Knollem va Ernst Rusk
- B. 1895 yilda, Vilyam Rentgen
- C. 1995 yil – V. Rentgen
- D. 1780 yil – V. Rentgen
- E. 1780 yil – Ioffe

19. Rentgen spektral taxlil imkoniyatlari?

- A. Atom raqami 11 (natriy) dan yuqori bo'lgan hamma kimyoviy elementlarni miqdoriy va sifat taxlil qilish mumkin
- B. Namunani magnit hossalari bo'yicha element tarkibini aniqlash mumkin

- C. Namunani elektr-qarshiligini aniqlash mumkin
- D. Namunani termik va elektrik hossalarni aniqlash mumkin
- E. Hamma kimyoviy elementlarni miqdoriy va sifat taxlil qilishga imkon beradi

20. Nanozarrachalarni o'rganishda asosiy taxlil usuli?

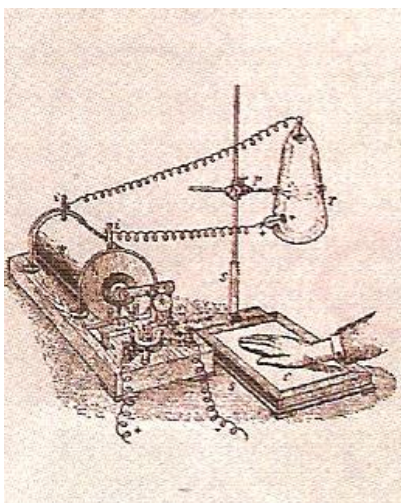
- A. Elektron-mikroskopik taxlil: TEM, SEM, STM
- B. Rentgenografik, termik taxlillar
- C. Derivatografik taxlil
- D. Tenzimetriya taxlil
- E. Polyarografik taxlil

II BOB. RENTGENOGRAFIK TAHLIL USULLARI (XRD).

5- §. Rentgenografik tahlil usullari (XRD). Fizikaviy asoslar. Rentgen nurlari diffraksiyasi. Vulf-Bregg tenglamasi.

5.1. Rentgen nurlarining xossalari.

1895 yili 8 noyabr kuni fizika fanida olamshumul voqea roy berdi. Shu yili ulug' nemis fizigi, Nobel mukofotining birinchi laureati, Vyurtsburg Universiteti professori **Vilyam Konrad Rentgen** tomonidan ko'z ilg'amaydigan yangi "X" nurlar borligi qayd etildi. Bu nurlar keyinchalik olim sharafiga "**Rentgen nurlari**" deb ataldi.



40-rasm. Katod nurlarini o'rganish uchun V.K. Rentgen uskunasini.



41-rasm. Birinchi rentgen fotosurati (V.K. Rentgen rafiqasi qo'li – mashhur "Uzukli qo'l" surati).

8 noyabr kuni V.K. Rentgen elektr toki qonunlari va elektr maydon nazariyasini o'rganish uchun induksion g'altak bilan tadqiqotlar olib boradi (40-rasm). Tajribalar davomida tasodifiy holda eksperiment stolida turgan yorug'lik nurlaridan himoyalangan holda saqlangan foto qog'oz kuyib ketadi. Lekin bu foto qog'ozga hech qanday kimyoviy reagentlar ta'sir etmagan va yorug'lik nuri tushmaganligi aniq bolgan. Demak foto qog'ozga ko'z bilan ko'rinmaydigan, lekin fotokimyoviy hossaga ega bo'lgan qandaydir no'malum nurlar ta'sir etgan deb V.Rentgen bu holda shunday hulosasi qiladi. Bu nurlar ko'z bilan ko'rinmasa ham Bariy tuzlari bilan qoplangan lyuminescent ekranni yashil rangda yoritilishiga olib kelgan.

Ushbu nurlarni V.Rentgen “**X nurlar**” deb atagan va 50 kundan keyin, 28 dekabr kuni Vyurzburg fizika-tibbiyot jamiyati anjumanida ushbu kashfiyoti haqida ma’ruza qilib, ilk bor olingan rentgen suratini namoyish qilgan (41-rasm. “Uzukli qo’l”, V.K. Rentgen rafiqasi Berta Rentgen honimning surati).

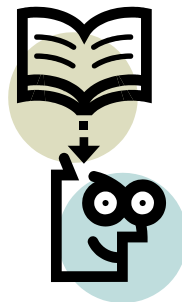
1912 yili Laue va uning hamkasabalari tomonidan rentgen nuri diffrakstiyasi kashf qilindi. Natijada fazalarni to’g’ridan-to’g’ri identifikatsiya qilishga imkon beradigan eng ishonchli rentgen faza analiz usuli yaratishga muvaffaq bo’lindi.

Rentgen nurlarini registratsiya qiluvchi ionizatsion va sstintilyatsion schetchiklarning paydo bo’lishi va takomillashtirilishi, fotografiya usuli yaratilishi va unda fokuslovchi kamera-monoxromatorlarning taraqqiy ettirilishi orqali fazoviy analiz chegaralari kengaytirildi.

Rentgen nurlarining kashf etilishi, yaratilgan turli usul va jixozlarning qo’llanilishi fizika, kimyo, tibbiyot va ayniqsa texnika fanlari (metallar texnologiyasi, metallurgiya, mashinasozlik)ga keng imkoniyatlar ochib berdi.

RENTGEN NURLARI

- ✓ **$0,005 \div 10$ nm to’lqin uzunligi**
- ✓ **$3 \cdot 10^{16}$ Hz — $6 \cdot 10^{19}$ Hz chastotaga ega**
- ✓ **elektromagnit to’lqinlar**



Rentgen nurlari $0,005 \div 10$ nm to’lqin uzunligiga ega bo’lib, ular yorug’lik nurlari kabi elektromagnit tabiatga ega (42-rasm). Ular juda kichik to’lqin uzunligiga ega bo’lganligi sababli, musbat yadro va manfiy elektronlardan tashkil topgan atomga doimiy osstillirovkalanuvchi kuch kabi ta’sir etadi. Elektron va yadro bir yaqinlashadi, bir uzoqlashadi. Natijada atomning o’zi tushayotgan rentgen nuri to’lqin uzunligiga nurlanadi. Alohida atomlardan chiqarilayotgan nur to’lqinlari yoyi bir-biriga qo’shiladi va yoyilgan to’lqinlar frontini hosil qiladi. Atomlarning panjaralaridan yoyilgan ko’pgina to’lqinlar ichida faqat ko’zgudan qaytarilish qonuniga bo’ysinuvchisi saqlanib qoladi. Aynan qaytgan nur va atomli zanjir o’rtasidagi burchak xuddi zanjir va tushayotgan nur orasidagi burchak

singari bo'lish kerak. Xajmiy kristal strukturasi uchun bu tassavvur murakkablashadi.



42-rasm. Elektromagnit to'liqlar shkalasi.

Rentgen nurlari kvant nurlari qatoriga kiradi, ta'siri gamma nurlari kabidir. Bu nurlarning xidi yo'q. Ular rangsiz bo'lib, buyumlar ichiga kirishi, singish, tarqalish, yoritish, fotokimyoviy ion hosil qilish, biologik ta'sir ko'rsatish kabi xossa - xususiyatlarga ega.

Rentgen nurining turli modda va jismlar ichiga kirish xususiyati nur to'liqlarining uzunligiga bog'liq. Agar nur tarkibida “**qattiq**”, ya'ni to'liqin uzunligi kichik nurlar ko'p bo'lsa, ichiga kirish “**yumshoq**” (to'liqin uzunligi uzun) nurlarga nisbatan ko'proq bo'ladi. Hamda atom ogirligi yuqori bo'lgan elementlar ko'proq miqdorda rentgen nurlarini yutishi kuzatiladi.

Rentgen nurlarining intensivligi turli modda va jismlardan o'tayotganda o'zgaradi. Bu jismlarning qalinligi, qattiqligi, solishtirma og'irligi va kimyoviy tuzilishiga bog'liq. Gaz va havo rentgen nurlarini singdirmay, hammasini o'tkazib yuboradi. Lekin bariy sul'fat yoki qo'rg'oshin ko'p nur o'tkazmaydi. Shuning uchun ular rentgen nurlaridan saqlanish uchun to'siq sifatida ishlatiladi.

Rentgen nurlari modda yoki jism tomonidan yutilganda, ular ikkinchi darajali rentgen nurlarini chiqaradigan “radioaktiv” manbaga aylanib qoladi.

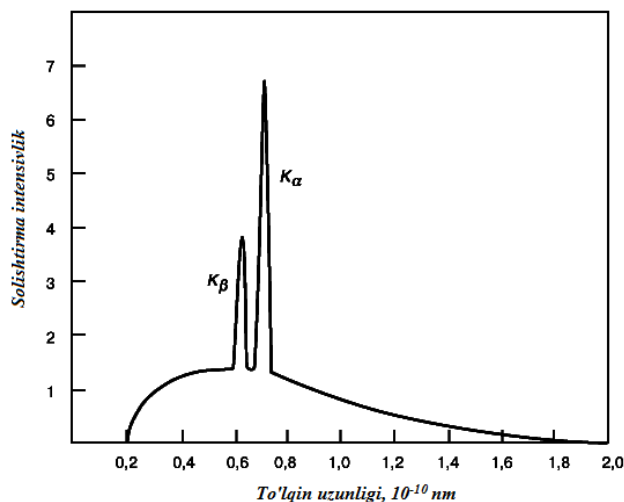
5.2. Rentgen nurlarini modda bilan ta'sirlanishi

Rentgen nurlarini olish turlicha tuzilgan zamonaviy apparatlarda amalga oshiriladi, lekin ularning paydo bo'lishi bir xil prinstipga – rentgen trubkasida katodga yuqori kuchlanish berilganda o'zidan elektronlar – gamma nurlari chiqarilishi, ularning kutblangan

antikatodga kuch bilan urilishi natijasida katta tezlikda zarrachalar (kvant-fotonlar) otilib chiqishiga asoslangan.

Rentgen nurlanishi yuqori tezlikda harakatlanadigan elektronlar materiya (modda) bilan o'zaro ta'sirlashganda hosil bo'ladi. Elektron bir moddaning atomlari bilan to'qnashganda tezda kinetik energiyasini yo'qotadi. Bunday holda, kinetik energiyaning katta qismi issiqlikka aylanadi va odatda ozgina qismi, 1% dan kam bo'lgan qismi - rentgen nurlanishga aylanadi. **Bu energiya kvant - fotonlar deb ataladigan zarracha shaklida chiqariladi. Fotonlar ma'lum energiyaga ega, ammo tinchlik massasi nolga teng bo'lgan zarrachalardir.** Rentgen fotonlari energiyasi ularning to'lqin uzunligiga teskari proportsional hisoblanadi. Rentgen nurlarini ishlab chiqarishning an'anaviy usulida keng doiradagi to'lqin uzunliklar olinadi va hosil bo'lgan spektr **to'liq rentgen spektri** deb ataladi.

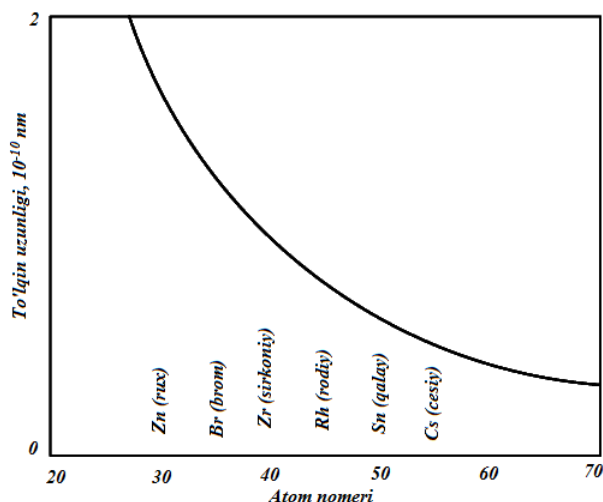
43-rasmda ko'rsatilganidek, spektr aniq tarkibiy qismlarni o'z ichiga oladi. Keng spektr (kontinium) boshqachasiga doimiy yoki oq nurlanish deyiladi. Uni ustiga o'tkir pik (cho'qqilar) to'g'ri keladi va ular **xarakteristik rentgen nurlanish chiziqlari** deb nomlanadi. Butun spektr hosil bo'lishi - bu elektronlarning materiya bilan to'qnashuvi natijasidir, lekin uning keng qismi va xarakteristik chiziqlari paydo bo'lish mexanizmlari turlicha.



43- rasm. Oddiy rentgen spektri doimiy spektrdan (kontinium) va xarakteristik chiziqlardan (o'tkir piklar)dan iborat bo'ladi. Bu erda K/ia va K/ib pik chiziqlari tezlashtirilgan elektronlarning ichki K qobig'ining elektronlari bilan o'zaro ta'sirlashuvi natijasida hosil bo'ladi.

Moddalar juda ko‘p atomlardan iborat bo‘lib, ularning har biri elektron qobiq bilan o‘ralgan yadroga ega. Ma’lum element atomining qobig'idagi har bir elektron ma’lum bir diskret energiya pog‘onasini egallaydi. Odatda, bu qobiqlar yoki energiya darajasi K, L, M va hokazolar bilan belgilanadi, yadrodan boshlab qobiq tomoniga. Yuqori energiyaga ega bo‘lgan elektron atomga bog‘langan elektronlardan biri bilan to‘qnashganda, bu elektronni qobig'idan urib, chiqarib yuboradi. Shunda bo'sh elektron o‘rniga katta energiyaga ega bo‘lgan qobiqdan boshqa elektron o‘tadi va o‘tish natijasida ortiqcha energiyasini rentgen fotoni chiqarish orqali berib yuboradi. Qobiq elektronlari diskret energiya qiymatiga ega bo‘lganligi sababli, rentgen fotonlari ham diskret spektrga ega.

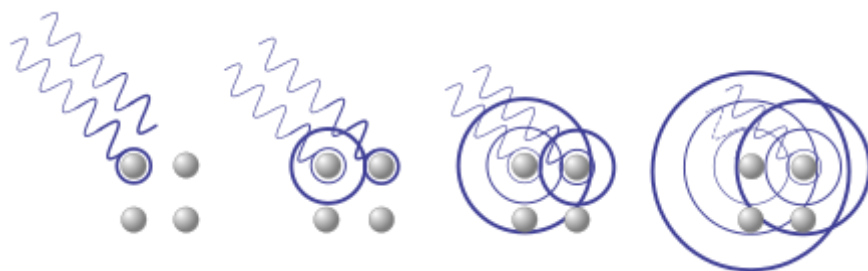
Moddaning rentgen spektrida muayyan to‘lqin uzunliklarida o‘tkir pik-cho‘qqilar ushbu holatga mos keladi, aniq qiymatlari esa nishon (mishen’) elementiga bog‘liqdir. Xarakteristik chiziqlar elektronni qaysi qobiqdan (K, L yoki M) chiqarilishiga qarab K-, L- va M-seriyalarni hosil qiladi. Rentgen to‘lqin uzunligi va atom raqami o‘rtasidagi bog‘liqlik Mozley qonuni deb nomlanadi: elementning atom soni qancha katta bo‘lsa, xarakteristik chiziqning to‘lqin uzunligi shuncha kichik bo‘ladi (44-rasm).



44-rasm. Kimyoviy elementlar tomonidan chiqarilgan xarakteristik rentgen nurlanishning to‘lqin uzunligi elementning atom soniga bog‘liqligi. Bu egri chiziq Mosli qonuniga mos keladi: elementning atom soni qancha katta bo‘lsa, xarakteristik chiziqning to‘lqin uzunligi shuncha kichik bo‘ladi.

Agar elektron nisbatan og‘ir yadroga duch kelsa, u sekinlashadi va uning kinetik energiyasi taxminan bir xil energiyaga ega bo‘lgan

rentgen fotoni shaklida chiqariladi (45-rasm). Agar u yadroga toqnashmasdan o'tib ketsa, u o'z energiyasining faqat bir qismini yo'qotadi, qolgan qismi uning yo'liga tushgan boshqa atomlarga o'tkaziladi. Energiyani yo'qotishning har bir harakati fotonning qandaydir energiya sarflanishiga olib keladi. Shunda uzluksiz rentgen spektri hosil bo'ladi, uning yuqori chegarasi eng tez elektronning energiyasiga to'g'ri keladi.



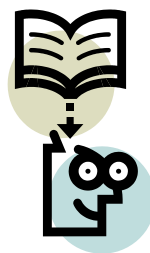
45-rasm. Rentgen nurining modda zarrachalari bilan ta'sirlashuvi.

Bu uzluksiz spektrning shakllanish mexanizmi hisoblanadi. Uzluksiz spektrning chegarasini o'rnatadigan maksimal energiya (yoki minimal to'lqin uzunligi) elektronlarining tezligini aniqlaydigan kuchlanish kuchiga mutanosibdir. Spektral chiziqlar bombardimon qilingan nishonning materialini tavsiflaydi, lekin doimiy spektr elektron nurning energiyasi bilan aniqlanadi va nishon materialiga deyarli bog'liq emas.

5.3. Rentgen nurlarining diffrakstiyasi.

Rentgenografiya – rentgen nurlari yordamida kimyoviy birikma, metall, metall qotishmalari, mineral va turli xom ashyolarni tadqiqot qilish fani. U yuqorida sanab o'tilgan moddalarning atom, sub-, mikro- va makrostrukturalari hamda kimyoviy tarkibini aniq bilishga xizmat qiladi. Kimyoviy modda yoki mineral atom darajasidagi tuzilishini tekshirilayotganda kristall panjaralarining turi va parametrlarini aniqlash imkonini beradi. Uning asosiy yutuqlari kristallar, kristall sin-goniyalari, kristall panjaralari kabi terminlarga kelib taqaladi.

Rentgen nurlari diffraksiyasi - bu kristallik, amorf, suyuq yoki gaz moddalar tomonidan tushgan rentgen nurlarining yoyilishi natijasida birlamchi rentgen nurining tarqalish yo'nalishi bo'yicha siljirilgan diffraksiya nurlari paydo bo'lish hodisasi hisoblanadi.



Tushayotgan nurlarni yoyilishi rentgen nurlarning kristallardagi elektronlar bilan ta'sirlashuvi natijasida hosil boladi. Tushayotgan rentgen nurining to'liqin uzunligi atom o'lchamlariga mos bo'lganligi sababli, yoyilgan rentgen nurlanish ham usbu to'liqin uzunligida nurlanadi.

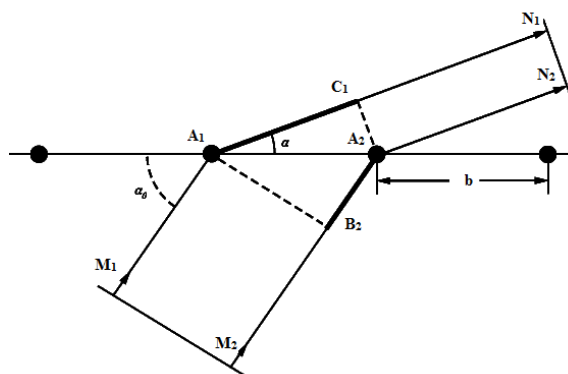
Rentgen nurlari diffraksiyasi qattiq moddalarning atom tuzilishi va kristall shakli, shuningdek suyuqliklar, amorf jismlar va yirik molekular tuzilishi haqida muhim ma'lumotlarni beradi. Diffraksiya usuli, shuningdek (10^{-5} dan kam xatolik bilan) **atomlararo masofani aniqlash**, strukturadagi kuchlanish va nuqsonlarni, monokristallarning yo'nalishini aniqlash uchun keng ishlatiladi.

Diffraksion tasvir (diffraktogramma) asosida noma'lum materiallar tarkibini aniqlanish, namunadagi aralashmalar mavjudligini va ularning miqdorini aniqlash mumkin. Zamonaviy kimyo, fizika, geologiya, materialshunoslik fanlari taraqqiyoti uchun rentgen diffraksiyasi usulining ahamiyatini cheksiz, chunki moddaning xususiyatlarini zamonaviy tushunish atomlarning turli xil kimyoviy birikmalarda joylashishi, ular orasidagi bog'lanishlarning tabiati va strukturadagi ma'lum bo'lgan nuqsonlar to'g'risidagi ma'lumotlarga asoslanadi. Ushbu ma'lumotni olishning asosiy vositasi rentgen nurlanishining diffraksiya usuli hisoblanadi.

Birinchi marotaba rentgen nurlari diffraksiyasi 1912 yilda M. Laue va uning shogirdlari V. Friedrich va P. Knipping tomonidan kristallarda topilgan. 1913 yilda Laue hodisaning birinchi (kinematik deb nomlangan) nazariyasini taklif qiladi. 1913 yilda U. L. Bregg va mustaqil ravishda G.V. Vulf kristallarda diffraksiyaning paydo bo'lish qonuniyatlarini o'rganadi.

Kristall panjara rentgen nurlari uchun tabiiy uch o'lchovli diffraksion panjara deb hisoblasa bo'ladi, chunki rentgen nurlarining to'liqin uzunligi ($\sim 10^{-10}$ m) kristalldagi zarracha- markazlar (atomlar) orasidagi masofaga yaqindir. Diffraksiya kristallarda rentgen nurlarining kristall panjaraning atom tekisliklari tizimidan tanlab aks etishi sifatida ko'rib chiqilishi mumkin (Bregg - Vulf asosiy sharti).

Rentgen nurlarining sindirish ko'rsatgichi birga teng deb qabul qilingan. Bu raqam rentgen nurining kristall tashqarisidagi va uning ichidagi yo'nalishlari bir xil bo'ladi degan xulosani keltirib chiqaradi.



46-rasm. Atomlar qatori difrakstiyasi (Laue tenglamasi echimiga oid).

**Bu erda α_0 - rentgen nuri tushish burchagi, a - difraksiya burchagi,
 b - atomlar aro masofa.**

5.4. Vulf-Bregg tenglamasi

Rentgen nurlarining diffrakstiyasi masalasi Laue (46-rasm) va Vulf-Bregg (47-rasm) sxemalari va tenglamalari orqali yaxshi tushuniladi. Shuning uchun bu o'ta muhim masalaga alohida to'xtab o'tamiz.

46-rasmda kristalda "b" periodiga ega bo'lgan atomlarga $M_1A_1N_1$ va $M_2A_2N_2$ rentgen nurlari yo'naltirilganligini ko'rish mumkin. Agar $M_1A_1N_1$ $n\lambda$ to'lqin uzunligi qiymati $M_2A_2N_2$ to'lqin uzunligidan katta bo'lsa, shu yo'nalishda diffraktsiya ro'y beradi. Farqni quyidagi tenglama bilan izohlash mumkin:

$$A_1C_1 - A_2B_2 = n\lambda.$$

O'z navbatida: $A_1C_1 = b \cos \varphi_n$ va $A_2B_2 = b \cos \varphi_0$,
 $n\lambda = b(\cos \varphi_n - \cos \varphi_0)$,
 bu erda $n = 0, 1, 2, \dots$

Uch koordinatali panjarada diffraktsiya amalga oshishi uchun bunday tengliklar uchchala fazoviy koordinatalar oqi (3D) bo'yicha bajarilishi zarur:

$$a (\cos \alpha_n - \cos \alpha_0) = h\lambda,$$

$$b (\cos \beta_m - \cos \beta_0) = k\lambda,$$

$$c (\cos \gamma_p - \cos \gamma_0) = l\lambda,$$

Laue tenglamalari (1)

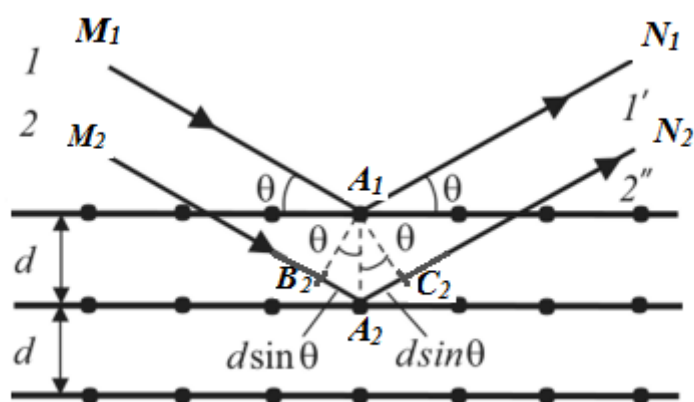
bu erda, a, b, c - bu x, y va z o'qlari bo'yicha kristal panjara periodidi;

$\alpha_0, \beta_0, \gamma_0$ - bu x, y va z o'qlari bilan tushayotgan rentgen nuri o'rtasidagi burchak;

$\alpha_n, \beta_m, \gamma_p$ - bu x, y va z o'qlari bilan difrakstion nur o'rtasidagi burchak;

h, k, l - to'liq son (kristallografik indekslar, difraksiya tekisligining Miller indekslari).

Yuqorida berilgan diffrakstiyaga oid uchta tenglama (1) Laue tenglamalari deb ham ataladi.



47-rasm. Vulf-Bregglar tenglamasi echimiga oid chizma.

Uch o'lchamli kristallar panjarasini rentgen nurlarini qaytaruvchi parallel yuzaliklardan tashkil topgan deb faraz qilishimiz mumkin. U holda setkadagi difrakstiya $m=n=0$ bo'lib, Lauening ikki sharti quyidagicha bo'ladi:

$$\cos \alpha_n = \cos \alpha_0 ,$$

$$\cos \beta_m = \cos \beta_0 .$$

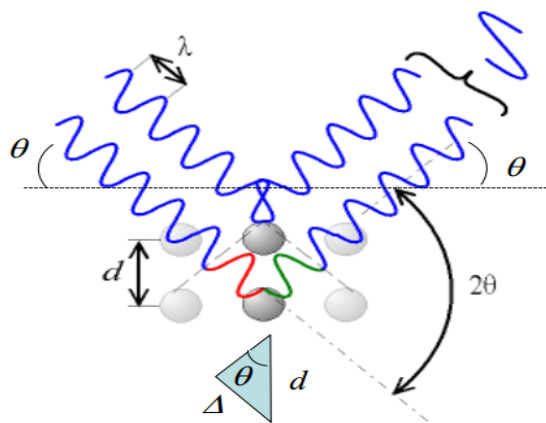
46-rasmdan ma'lumki, $M_1A_1N_1$ nuri $M_2A_2N_2$ nuriga nisbatan $B_2A_2 + A_2C_2$ uzunligida qisqaroq o'tadi. Ammo $B_2A_2=A_2C_2=d \sin \theta$, ya'ni difrakstion effektning paydo bo'lishi zarur:

$$2 d \sin \theta = n \lambda ,$$

bu erda $n = 1, 2, 3, \dots$. Bu esa Vulf-Bregglar tenglamasini o'zginasidir.

Vulf-Bregg teglamasi rentgen-strukturaviy va rentgen-spektral tahlil usullari uchun asosiy hisoblash formulasi bo'lib, u diffrakstiya natijasida og'gan nurlarning yo'nalishi kristall panjara tuzilishiga o'ta bog'liqligini ifodalaydi.





Vulf-Bregg tenglamasi

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda$$

$$n = 1, 2, 3, \dots$$

Qollanilish shartlari:

- 1) *Ideal cheksiz kristall;*
- 2) *Nur sindirish ko'rsatkich = 1*

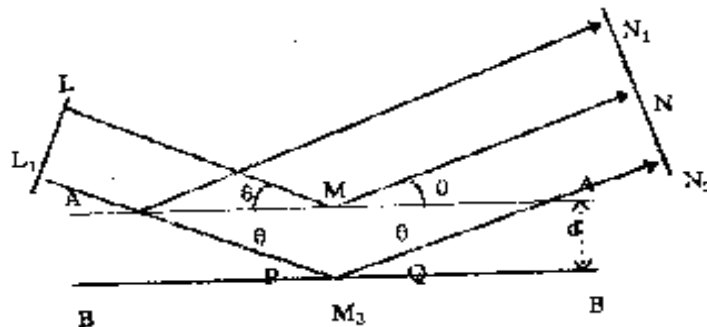
bu erda : n - yaxlit son bo'lib, u 1,2,3... nurlarining qaytish tartibini beradi;

λ - rentgen nurlari to'liq uzunligi, **nm**;

d - kristall panjaradagi atomlar yuzasi orasidagi masofa;

θ - atom yuzasiga tushayotgan rentgen nurlari tushish burchagi.

Bir xil atomli yuzalarning to'plami rentgen nurlariga nisbatan nur qaytarishi to'la bo'lmagan bir qator ko'zgularni namoyon etadi. Nurning bir bo'lagi yuqoridagi yuzadan qaytgach, pastroqda joylashgan yuzalardan qaytgan nurning boshqa qismlari hisobiga kuchayadi. Bunday kuchayish faqat bir holatda, u ham bo'lsa har qanday tekislikdan qaytgan nurlarning o'tgan yo'li butun son n ga teng bo'lsa, ro'y beradi (48-rasm).



48-rasm. Atom tekisliklaridan qaytgan rentgen nurlari difraktsiyasini hosil qilish sxemasi.

Bu xolda rentgen nurlarining interferenstiyasi sodir bo'ladi. Difrakstion analiz, qaysi usulda (ko'pincha fotoplenkada) qayd etilganidan qat'iy nazar, qattiq moddalarni atom tuzilishini o'rganishga imkon beradi.

5.5. Rentgen nurlarini olinishi.

Katod nurlari, ya'ni elektronlar oqimining rentgenning elektron trubkalarida ba'zi metallarni yuzasini bombardimon qilishdan rentgen nurlari hosil bo'ladi.



Elektronlar manbai bo'lib trubkadagi volframdan qilingan spiral xizmat qiladi, u 8-12 Volt quvvatda ishlaydi. Rentgen nurlari manbai esa antikatod. Elektronlarning to'siqlarsiz harakatini ta'minlash uchun trubkada $1,33 \cdot 10^{-4} - 1,33 \cdot 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$ ($10^{-5} \div 10^{-7} \text{ mm}$ simob stolbchasi) vakuum ushlab turiladi. Elektrodlarga berilayotgan kuchlanish elektronlarni antikatodga tezlik bilan xarakatlanisga sharoit yaratadi. Anod tarkibi va elektronning urilishi tezligiga rentgen nurlarining xossalari bog'liq.

Rentgen nurlari tabiati xuddi ko'rinadigan yorug'lik nurlariga o'xshash, faqat rentgen nurlarining to'lqin uzunligi nisbatan kichik va yumshoq nurlarda 0,6-6 nmni, qattiq nurlarda 0,06-0,006 nm ni tashkil etadi. Anoddan kelayotgan rentgen nurlarning oqimi ("**oq**" **rentgen**) nurlarning turli to'lqin uzunliklarida tashkil topgan. "Oq" rentgen nurlari turli antikatodda tashkil topishidan qat'iy nazar va plenkani to'la qoralashishini ta'minlaydi, ya'ni nurning to'la spektrlarni hosil qiladi. Xarakterli nurlanishda esa alohida chiziqli spektrini beradi va u material - antikatodning kristal panjarasi tuzilishiga bog'liq. Katod elektroni o'zining bir kism energiyasini antikatod materiali atomlariga beradi, bunda atom yadrosidan uzoqroqdagi orbitalarga elektronlarning sakrashi kuzatiladi. Oldin yutilgan energiya esa monoxromatik nurlanish shaklida orbitadan orbitaga o'tish jarayonida ajralib chiqadi.

Rentgen nurlari tekshirilayotgan moddadan o'tayotganda uning atomlarini ionizastiyalashga sababchi bo'ladi. Ionizastiya xodisasidan ionizastion schetchiklar va kameralarda foydalaniladi. Agar ionizastion kamera tuyingan tok rejimida ishlayotgan bo'lsa bu xolda paydo bo'lgan ionizastion tok miqdori rentgen nurlari intensivligiga proporstionaldir. Amaliyotda u o'zining qo'llanishini hozirgi kunda sstintillyastion schetchiklar tomonidan siqib chiqarilayotgan Geyger – Myuller schetchiklarida topgan.

Yorug'lik nurlariga o'xshash rentgen nurlari fotoplenkaga nisbatan katta qalinlikka ega bo'lgan va ikki tomoni maxsus qatlam bilan

qoplangan rentgen plenkasining fotoemulsiyasi tarkibiga kiruvchi bromli kumush moddasini parchalanishiga olib keladi. Rentgen nurlari kadmiy sulfati, sink sulfati va boshqa moddalarga ta'sir ettirilganda ularning nurlanishi, ya'ni fluoresstenstiyasiga sababchi bo'ladi. Fluoresstenstiya xodisasi rentgenostrukturaviy analizning nazorat ekranlari hamda nurlanuvchi rentgenotexnikaning ekranlarini yasash va ekspluatatsiya qilishda ishlatiladi.

5.6. Kristall panjara tekisliklararo masofani hisoblash.

Turli birikmalarni kristall panjarada yuzalar orasidagi masofani Vulf-Bregg formulasi yordamida hisoblanadi: $2 d \cdot \sin\theta = n\lambda$.

Bunda moddaning hamma atomlari kristall yuza bo'ylab bir-biridan paralell va teng uzoklikda joylashganligini namoyon bo'ladi.

Umuman olganda rentgenografiya usullarida kristall panjara tekisliklararo masofa roli katta. Usulning asosida xam rentgen nurlarining shu kristall panjarasiga tushganda diffrakstiyalanishi yotadi. Bunday nurlar kristall yoki amorf qattiq modda orqali o'tganda uning atomlaridagi elektronlarga katta ta'sir ko'rsatadi. Bu ta'sir kristall tuzilishli moddalar uchun o'ta sezilarlidir. Natijada elektronlar tebranma harakati vujudga keladi va ular ikkilamchi to'lqin manbaiga aylanadi (45-rasm).

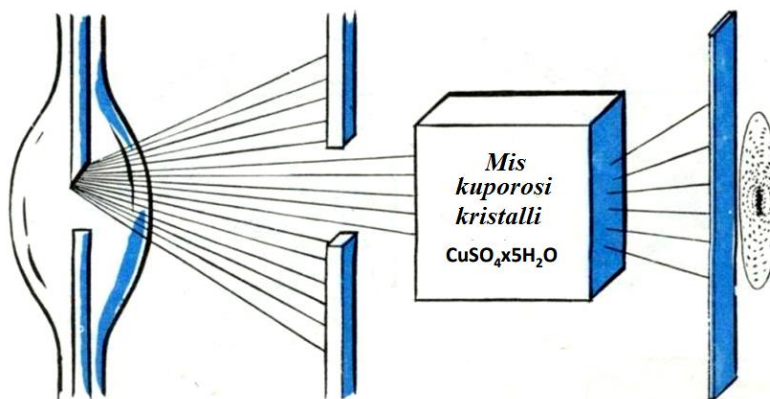
Diffrakstiyaning kristall panjarasidagi xolati va xisoboti kristallar xolatining parallel yuzalar sistemasi ko'rinishida talqin qilinishiga kelib taqaladi. Har bir bunday yuza yoki tekislik panjaraning ko'p sonli bolg'ovchi nuqtalari orqali o'tadi va ular setkasimon yuza deb ataladi. Setka- simon yuza ularning ustiga tushayotgan rentgen nurlari yoki to'lqinlarini ko'zgu singari qaytishini ta'minlaydi. Diffrakstion maksimumlarning paydo bo'lishi parallel setkali yuzalardan qaytayotgan to'lqinlarning bir-birini interferenstiya xodisasi orqali kuchaytirishiga bog'liq. Bu talab diffrakstiyalanuvchi to'lqin uzunligi (λ) va setkali yuzaga tushayotgan nur burchagi (ν) ning orasidagi ma'lum darajada bog'lanishga bog'liq.

5.7. Tekshirish usulari va rentgenografiyada qo'llaniladigan asosiy uskunalar.

Tekshirish usullari.

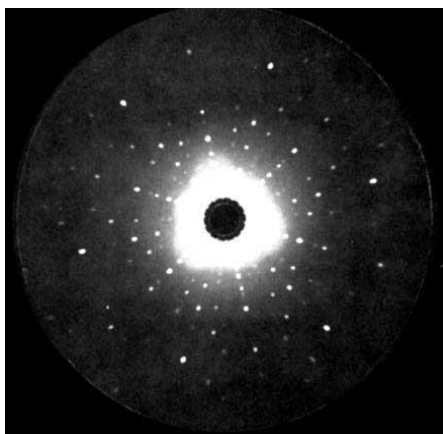
Rentgen nurlari yordamida bajariladigan rentgenografik tekshirish usullari juda ko'p. Mono- va polikristal silikat moddalarini tekshirishda asosan quyidagi usullar qo'llaniladi:

1. Laue usuli. Joyidan qo'zg'almaydigan monokristallarni tekshirish usuli - bunda tasvir fotoplenkali kassetaga qora nuqtalar shaklida qayd etiladi (49-rasm). Bu **usul adabiyotda Laue usuli** ham deb ataladi. Odatda tekshirish uchun o'lchami 0,2-1 mm bo'lgan monokristall olinadi.

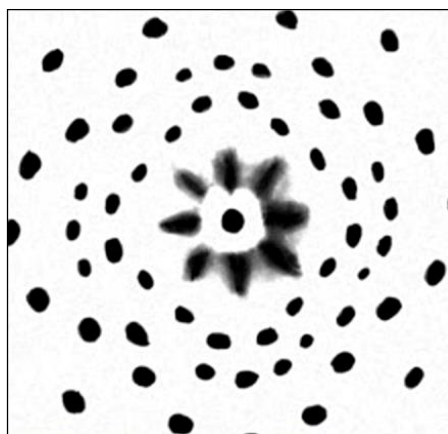


49-rasm. Laue usulida monokristallarni tekshirish usuli.

Laue usulida statsionar joylashgan mono-kristallga yuboriladigan to'liq "oq" rentgen nurlanish spektri qo'llaniladi. Butun spektrdan d davr uchun Vulf-Bragg tenglamasi asosida ma'lum bir qiymatli to'lqin uzunligi avtomatik ravishda tanlanadi. Shunday qilib olingan lauegrammlar diffraksiyalangan (yoyilgan) nurlarning yo'nalishini, kristall tekisliklarining yo'nalishini aniqlashga imkon beradi, bu esa simmetriya, kristalning yo'nalishi va undagi nuqsonlar borligi to'g'risida muhim xulosalar chiqarishga imkon beradi. Ammo d tekisliklararo masofa haqida ma'lumot yo'qoladi. 50 va 51-rasmlarda lauegrammlar keltirilgan. Rentgen plyonkasi kristall tomonidan, manbadan kelgan rentgen nurlariga qarama qarshi joylashtirilgan.



50-rasm. Lauegramma.
Keng spektr diapazonidagi rentgen nurlari joyidan qo'zg'almaydigan monokristall orqali o'tadi. Diffraksion choqqilar lauegrammadagi dog'larga to'g'ri keladi.



51-rasm. NaCl monokristali lauegrammasi. *Har bir dog' rentgen diffraksion yoyilish natijasida hosil bo'ladi. Markazdagi diffuzion dog'lar kristall panjara issiqlik tebranishlari natijasida rentgen nurlarni yoyilishiga bog'liq.*

2. Aylanuvchan polikristallarni tekshirish yoki Debay-Scherrer usuli. Bu usulda namuna tekshirish paytida kameraning o'qi atrofida 1 minutda 0,2-2 marotaba aylanadi va unga monoxromatik ($\lambda = \text{const}$) nurlanish yonaltiriladi. Bu xolatda elementar yacheykaning o'lchamlari va shaklini aniq topish imkoniyati paydo bo'ladi; fotoplenkada chiziqlar shaklida tasvir olinadi.

Rasmga tushirish uchun odatda silindrsimon kassetadagi ingichka rentgen plyonkadan foydalaniladi va rentgen nurlari plyonkadagi teshiklar orqali tarqaladi. Shunday qilib olingan debaegramma (52-rasm) d davri, ya'ni kristallning tuzilishi haqida aniq ma'lumot beradi, lekin lauegramma bergan ma'lumotni bermaydi. Shuning uchun ikkala usul ham bir-birini to'ldiradi. Debay - Scherrer usulining ba'zi qollanilish imkoniyatlarini ko'rib chiqamiz.

Kimyoviy elementlar va birikmalarni aniqlash. Dedayegramma aniqlangan q burchakdan foydalanib, berilgan elementning yoki birikmaning d - xarakteristik tekisliklararo masofasini hisoblashga imkoniyat beradi. Hozirgi vaqtda d qiymatlarining ko'plab etalon jadvallari tuzilgan bo'lib, ular nafaqat ma'lum bir kimyoviy elementni yoki birikmalarni, balki kimyoviy tahlil natijalari bermaydigan bir moddani har xil fazali holatlarni aniqlashga ham imkon beradi.

Almashinuv natijasida olingan qotishmalarda d davrining konsentratsiyasiga bog'liqligi asosida yuqori aniqlik bilan ikkinchi komponent miqdorini aniqlash mumkin.



52-rasm. Debyeagramma. Rentgen nurlarini polikristal namunadan o'tkazish orqali olingan. Har bir chiziq namunadagi atomlarning bitta aniq tekisligida rentgen nurlarni diffraksiyasi natijasida hosil boladi.

Kuchlanish (Stressni) tahlil qilish. Kristallardagi turli yo'nalishdagi tekisliklararo masofasini o'lchangan farqiga asoslanib, materialning elastik modulini bilgan holda, ulardagi kuchsiz kuchlanishlarni yuqori aniqlik bilan hisoblash mumkin.

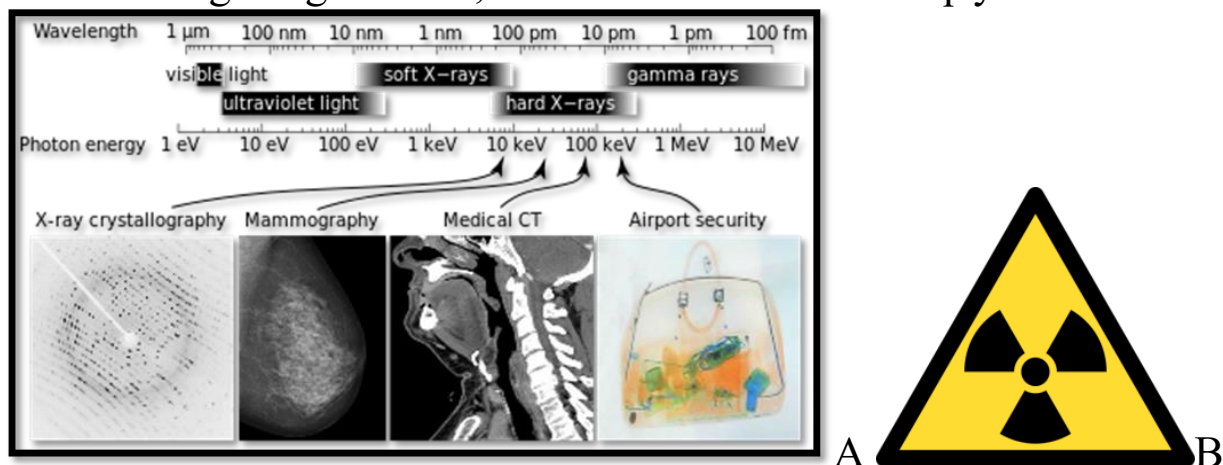
Kristallardagi ustunlik yo'nalishni o'rganish. Agar polikristall namunadagi kichik kristallitlar tasodifiy bo'lmagan holda yo'naltirilgan bolsa, debaegrammadagi halqalar har xil intensivlikka ega bo'ladi. Agar kristallitlar joylashishida ustuvor yo'nalish mavjud bo'lsa, intensivlik maksimumlari rasmdagi individual dog'larga jamlangan bo'lib, ular mono-kristallga hos bo'lgan tasvirga o'xshash bo'ladi. Masalan, metall varaqini chuqur sovuq prokatka usulida ishlab chiqarilganda kristallitlarning aniq yo'naltirilgan bo'ladi. Debaegrammani tahlil qilish yordamida materialni sovuq prokatka ishlov berish jarayoni haqida hulosalar qilish mumkin.

Zarrachalar o'lchamlarini aniqlash. Agar polikristallda zarracha o'lchamlari 10^{-5} m dan katta bolsa, bu holatda debaegrammadagi chiziqlar alohida dog'lardan iborat bo'ladi, chunki bu holda q burchaklarining butun doirasini qoplash uchun kristallitlar soni etarli emas bo'ladi. Agar kristallitlar o'lchamlari 10^{-7} m dan kichik bo'lsa, u holda diffraksiya chiziqlari kengroq bo'ladi. Ularning kengligi kristallitlar o'lchamlariga teskari proporsionaldir. **Rentgen nurlari 10^{-9} - 10^{-8} m oralig'ida zarrachalar o'lchamlarini aniqlashga imkon beradi.**

3. Kukunlar usuli. Moddani kukun holatida o'zgaruvchan burchak ostida rentgen nurlari ta'sirida fotoplenkali stilindrik kasetaga maxsus

egri chiziqlar holida qayd etiladi. Ionizastion rentgenogramma holida ham olinishi mumkin. Bu xolda fotoplenka rolini diffraktometrdagi schetchik teshigi bajaradi. Difrakstion shakl sekin – asta, schetchik aylanishida paydo bo’luvchi va ketma-ket keluvchi chiziqlar xolida olinadi.

4. Rentgen defektoskopiya – ushbu usukda turli metall va kristall moddalarda gazli g’ovaklik, darz ketish kabi holatlar qayd etiladi.



**53-rasm: A-rentgen nurlarini qo'llanilish diapazonlari;
B- Ionlashtiruvchi nurlanish xavfining belgisi.**

Tibbiyotda qo'llaniladigan asosiy usullar qatoriga quyidagilar kiradi:

- ✓ Rentgenoskopiya - bemor ekran bilan rentgen trubkasi oralig'ida turadi. Natija zichlangan joyni qoraytirish holatida qayd qilish bilan tugaydi;
- ✓ Rentgenografiya - tekshirilayotgan a'zoning soyasi rentgen plenkasida tasvirlanishiga asoslangan;
- ✓ Flyuroografiya - a'zo tasviri maxsus apparat bilan suratga olinadi, bunda plenka avtomatik holatda suriladi.

6- §. Rentgen nurlari, tekshirish usullari va asosiy uskunalar.

6.1. Rentgenografiya qo'llaniladigan asosiy uskunalar.

Jahon mineraloglari va kristallograflari tomonidan deyarlik barcha tabiiy va ma'lum bo'lgan sun'iy minerallarning tuzilishi mikroskopik tahlil asosida 1900 yil atrofida o'rganib bo'lindi. Natijada qattiq jism atomlari strukturalari xajmiy to'g'ri, unda atomlar ma'lum tartibda joylashganligi va kristall panjara mavjudligi ta'rif etildi. Lekin 1921 yilda rentgen nurlari yordamida ularni qayta tekshirish boshlandi. Bu amaliy tekshirishlar fan va texnikani nihoyatda boyitdi, mineralog-kristallograflarning shu ongga qadar strukturaviy tuzilish bo'yicha g'oyalarini to'g'ri talqin va bashorat qilinganini tasdiqladi.

Keyingi yillar davomida rentgenografiya usullarini fan va texnikada qo'llash bo'yicha ulkan tadqiqotlar olib borildi. Rentgenografiyaga oid apparatlarni qo'llash tibbiyot, metallurgiya, kimyo, mashinasozlik, samolyotsozlik, raketsozlik kabi sohalarida ko'paydi.

Amaliy rentgenografiyada ham katta o'zgarishlar sodir bo'ldi. Rentgenografiya apparatlarining sezuvchanligi oshirildi, hajmi va og'irligi esa kichraytirildi. Rentgen analizi usullari takomillashtirildi.

Rentgenogrammlar yuqori va past temperaturalarda, vakuum va bosim ostida olib borilish uchun maxsus apparatlar yaratildi. Yuqori temperaturalarda rentgenografik shakllarni olish yuqori temperaturali fazaviy o'zgarishlarini qayd qilish uchun, moddaning yuqori haroratda qanday struktura parametrlariga ega ekanligini bilish uchun olib borildi.

Rentgen difraktometri umumiy vazifalarni bajarishga mo'ljallangan bo'lib MDXda (Sankt-Peterburg shaxrida) ishlab chiqarilgan DRON-seriyali apparatlar: DRON-1, DRON-1,5, DRON-2, DRON-4, zamonaviy DRON-7 va DRON-8 ionizatsion shaklni elektron xisoblash mashinalariga ulangan perfolentaga ham tushurishi mumkin. Bunday apparatlar yuqori unumdorlikka ega. Rentgen trubkasidagi maksimal kuchlanishi 50 kV, maksimal tok esa 60 mA.

Yuqori samarador zamonaviy difraktometrlar sinfiga Bruker-Advance (germaniya) va Shimadzu (Yaponiya) firmalari tomonidan chiqarilgan XRD-difraktometrlarni ko'rib chiqamiz.

6.2. Diffraktometrlarning asosiy qismlari.

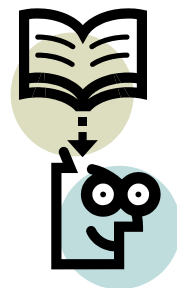
Rentgen apparatlarining asosiy qismlariga kiradi: rentgen trubkasi, to'g'rilovchi lampa - kenotron, cho'g'lanish reostati, yuqori voltli transfor-mator, cho'g'lanish transformatori, boshqaruv pulti va uning zinapoyali avtotransformatori va boshqalar. Quyida ularning tuzilishiga oid ma'lumotlar beriladi.

1. Rentgen trubkalari. Turli fokus o'lchamlari va anod materiallari (Ag, Mo, Cu, Co, Fe, Cr) bilan ta'minlangan ECB 27-29, ECB 40-42 markali trubkalar mavjud.

B-himoyali qoplamada, xavfsiz; C-struktura tahlili uchun; B-suvli sovitish ma'nolarini anglatadi. Rentgen trubkasi rentgen nurlari manbai bo'lib, u tez uchuvchan elektronlarning yo'lida joylashgan anod bilan to'qnashuvi natijasida yuzaga keladi.

Rentgen trubkalarida rentgen nurlarini yuzaga kelish uchun quyidagilar ta'minlanishi kerak:

- a) Erkin elektronlarni hosil qilish;
- b) Erkin elektronlarni katta kinetik energiya bilan ta'minlash (bir necha mingdan to 1-2 mln elektronvoltgacha);
- c) Anod atomlari bilan tez uchuvchan elektronlarning o'zaro ta'siri.



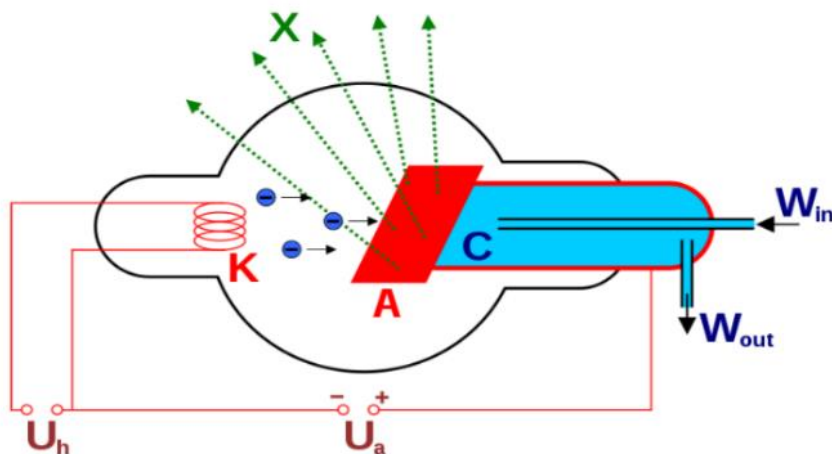
Rentgen trubkalari belgilariga qarab quyidagicha tasniflanadi:

- 1) Ozod elektronlar olish usuli buyicha.
- 2) Vakuumni hosil qilish va uni ushlab turish usuli bo'yicha.
- 3) Ishlatilishi bo'yicha. Trubka materialni yoritish, struktura tahlili va tibbiy maqsadlarda (diagnostika va davolash maqsadida) qo'llaniladi.
- 4) Fokusni kattaligi (maydoni) bo'yicha. Trubkalar normal (6-7 mm²) va o'tkir (mm² ning bir necha yuz yoki mingning ulushi qismicha) fokus bilan tayyorlanadi.

Struktura tahlili uchun qalaylangan elektron trubkalar ishlatiladi (54-rasm). U shisha ballondan tashkil topgan, unga ikkita elektrod kiritilgan: katod - qizdiriladigan volfram simli spiral shaklida va anod

(Cu, Mo, Co va b.) - to'la trubka shaklida. Shisha ballonda yuqori vakuum ($10^{-5} \div 10^{-7}$ mm simob ustuni) hosil qilinadi. Unda elektronlarning katoddan anodga borish erkin xarakati ta'minlanadi. Katod issiqlik va kimyoviy ta'sirdan hamda elektronlar orasidagi gazli muxitda chaqmoq hosil bo'lishidan himoyalangan.

Volfram spiral $2100-2200^{\circ}\text{C}$ gacha elektr tok yordamida qizdirilganda o'zidan elektronlarni chiqara boshladi. Trubka polyusiga yuqori kuchlanish qo'yilganligi tufayli erkin elektronlar katta tezlik bilan anodga intiladi. Anod (anod ko'zgusi) maydoniga urilib, elektronlar sekinlashadi. Taxminan 1% (zamonaviy jihozlarda 3 % gachan) atrofida elektronlarning kinetik energiyasi rentgen nurlarining elektromagnit energiyasiga o'zgaradi; qolgan energiya anoddan ajralayotgan issiqlikka sarflanadi.



bu erda X — rentgen nurlari, K — katod, A — anod (ba'zilarida antikatod deb ataladi), C — issiqlik qabul qiluvchi, U_h — katodning elektr kuchlanishi, U_a — tezlashtiruvchi kuchlanish, W_{in} — sovutivchi suvni kirishi, W_{out} — sovutivchi suvni chiqishi.

54 rasm. Rentgen trubkaning sxematik tuzilishi.

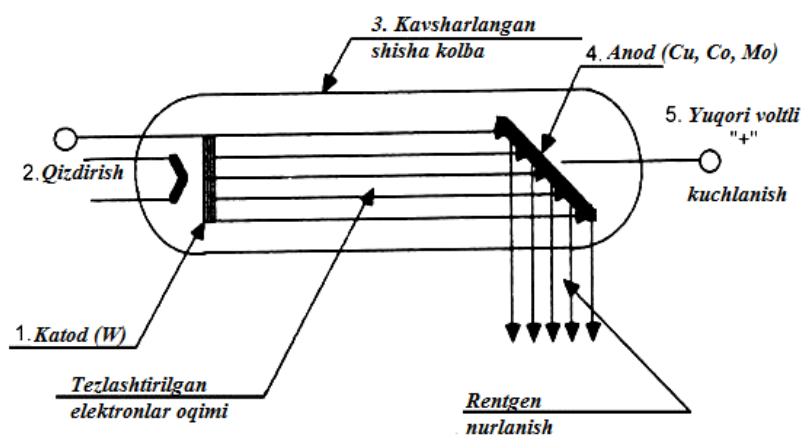


A



B

**55 rasm. Rentgen trubkalar: A- birinchi rentgen trubka ko'rinishi (1920 y.);
B- zamonaviy rentgen trubka ko'rinishi (2020 y.).**



56- rasm. Rentgen trubkasining ishlash prinstipi (dic.academic.ru).

Rentgen trubkasidagi elektronlarning tezlashish-sekinlashish vaqtida ularning kinetik energiyasini faqat 1%i rentgen nurlanishga o'tadi, qolgan 99%i esa issiqlikga aylanadi. Shuning uchun zamonoviy rentgen trubkalarda anodni qizib ketmasligini ta'minlash uchun aylanadigan anod va suv bilan sovutish sistemasi qo'llaniladi (54-56 rasm).

Struktura tahlili uchun trubkadan chiqarilayotgan nisbatan yumshoq nur (0,1 nm va kattaroq to'lqin uzunligida) shisha material tomonidan juda kuchli yutiladi. Shuning uchun trubka balloniga rentgen nurlarini chiqarishni ta'minlash uchun engil elementlardan (berilliy, litiy, bor) tashkil topgan getan qotishmasi yoki berilliy metallidan yasalgan darcha qotiriladi (qalaylanadi).

Elektron trubkadagi katod - volfram spiraldan iborat bo'lib, ko'pincha emission xarakterni oshirish uchun toriy qatlami bilan qoplanadi. Spiralni fokus qalpoqchasiga joylashtiriladi. Qalpoqchanning vazifasi trubka fokusini kamaytirish va katoddan

anodga uchayotgan elektron to'plamlarini torlantirishdan iborat. Trubka fokusi deb rentgen nurlari hosil qiluvchi elektronlar tushadigan anod maydoniga aytiladi (fokus dumaloq yoki chiziqli shaklga ega).

Katod yarim silindr ichida vintli chiziq ko'rinishida, ba'zan spiral ko'rinishida fokuslovchi chashka ichiga joylashgan bo'ladi.

Anod - yaxlit silindr ko'rinishida (ko'pincha misdan), yuqori issiqlik o'tkazuvchan materiallardan tayyorlanadi. Anodning tashqi yon devoriga elektronlarni tormozlovchi plastinka antikatod presslanadi. Struktura tahlili uchun trubkadagi anod yoni 90° burchakda anod o'qiga nisbatan kesilgan.

Anod (antikatod) - xrom, temir, vanadiy, kobalt, nikel, mis, molibden, volfram, kumush yoki marganestlardan tayyorlanadi. Elektronlarning anod ko'zgusiga urilishida katta miqdorda issiqlik ajraladi. Anodni o'ta qizdirish vakuum buzilishiga, changlanishga, ko'zgu va anodni erishiga olib keladi. Buning oldini olish maqsadida anod oqib turgan suvda yoki yog' bilan uzluksiz ravishda sovutiladi.

Trubkaning muxim xarakterli ko'rsatkichi uning quvvat chegarasi bo'lib, u quyidagicha ifodalanadi: $P = U \cdot I$ Vt, bu erda U - maksimal yuqori kuchlanish, V; I - trubka toki, Amper.

Quvvat chegarasini oshirish mumkin emas, sababi anod qizib ketadi. Trubka fokusi maydonini kamaytirish issiqlik chiqaruvchi metall hajmini kamaytiradi, shu tufayli trubkaning quvvat chegarasini kamaytirishni taqazo qiladi.

Ko'rilyotgan BSV-2 misli antikatomli trubkaga beriladigan eng katta quvvat 700 vt ga, solishtirma quvvat esa 48 vt/mm^2 ga teng. Bunday trubkaning normal yuzasi $700/48 = 14 - 15 \text{ mm}^2$ ga teng. Ko'rsatilgan fokus yuzada maksimal quvvat URS-60 apparati uchun 60 kv to'g'ri bo'lsa, u holda trubka toki $I \leq P/U = 700/60000 \leq 12 \text{ ma}$ dan oshmasligi kerak.

2. **Kenotron (K).** To'g'irlovchi sifatida xizmat qiladi va kuchlanish o'zgarishida rentgen trubkani o'chirib qo'yadi. Kenotron ion trubkalari bilan ishlashda qo'l kelishi mumkin. Chunki hamma elektron trubkalarining o'zi to'g'irlovchi rolini o'ynaydi, biroq qiyin sharoitlarda rentgen trubkaga bir yo'nalish bo'yicha faqat bitta tok o'tkaziladi.

3. **Cho'g'lash reostatlari (RHK, RHP).** Ular - kenotron va trubka katodi tok kuchini boshqarish uchun xizmat qiladi. Shahar tarmog'idagi

katta bo'lmagan tebranish cho'g'lash tokini tebranishiga olib keladi va trubkadagi anod tokini kuchli ravishda o'zgartiradi. Cho'g'lash tokini stabillashtirish uchun stabilizator ishlatiladi.

4. Yuqori voltli transformator (RR-55). Yuqori kuchlanish olish uchun xizmat qiladi. Birinchi obmotka AA avtotransformatordan yoki quvvatni tekis o'zgartiruvchan quvvat variatoridan oziqlanadi.

5. Cho'g'lash transformatorlari (T_{NR} i T_{NK}). Kenotron va rentgen trubka simlarini cho'g'lantirish uchun ishlatiladi. Volframli katodli iplar $2100^{\circ}S$ gacha va undan yuqorida qizdirish uchun ulardan 3-6 a tok o'tkaziladi. Bu tok cho'g'lash transformatoridan kenotronni 10-15 v li va rentgen trubkasini 6-8 v li qilib pasaytirish uchun beriladi.

6. Zinasimon boshqarish pulti avtotransformatori (AA)-yuqori-voltli transformatorni birinchi obmotkasini yuqori kuchlanishini o'zgarishini boshqarish uchun ishlatiladi.

7. Boshqaruv pulti. Rentgen apparati maxsus boshqaruv pulti orqali boshqariladi. Boshqaruv pulti rentgen apparatining elektr sxemasini sirtqi elektr tarmog'i bilan ulaydi. U har turli o'lchov asboblari bilan ta'minlangan bo'lib tarmoqdagi tok kuchlanishi V, yuqori kuchlanishli tok kV va tok quvvati mA ni ko'rsatadi va regulirovka qiladi. Unda yuqori kuchlanish, quvvat, vaqt va yorug'lik kabi parametrlarning sozligi va nosozligi haqida xabar beruvchi moslama mavjud.

Rentgen apparati trubkasidan o'tayotgan tokni o'lchash uchun milliamper-metrdan foydalaniladi.

6.3. Nurlanishni ionizastion qayd etish tahlili apparatlari.

Bu usul bo'yicha moddaning diffrakstion tasvirini qayd etish plenkada emas, balki hisoblagich bilan nur qaytarish maksimumlari holatini yozishni qog'oz tasmaga o'zi yozuvchi qurilma yordamida amalga oshiriladi.

Diffraktometriya rentgenostruktura tahlilni amalga oshirishda, hamda katta darajada rentgenografik tekshiruvlar o'tkazishda katta ahamiyatga ega. Sababi nur qaytarish intensivligini nafaqat ob'ektiv baxolash, balki asbobning yuqori echish xususiyati va ishining unumdorligi bilan ajralib turadi. To'la diffraktogrammni qayd etish 20-30 minut ichida amalga oshiriladi. Yuqori darajali aniqlash xususiyati diffraktogrammani ba'zi detallarini aniqlashga imkon yaratadi. Bu detallarni aniqlashda avval katta diametrli kameralar va shunga

muvofig uzoq muddatli ekspozitsiyalar zarur edi. Bu usul ayniqsa bir tipli modda analizi yoki kichik muammolarni xal etishda juda muxim, masalan, karbonatlarni aniqlashda, dala shpatining mikroklinligi darajasi va minerallarning struktura turlarini aniqlashda juda muximdir.

Diffraktogramma nur qaytarish burchagi qiymati va ularning intensivligini to'g'ridan-to'g'ri beradi. Kukun rentgenogrammalarida nur qaytarishga bog'liq bo'lgan, nur qaytarish burchagi ko'rsatgichidan tekisliklararo masofa ko'rsatgichiga o'tishda, tekisliklararo masofa turli to'lqin uzunliklari bo'yicha hisoblangan va spravochniklarga yig'ilgan nurlanishni jadvallaridan foydalanish orqali bo'ladi.

Shunday qilib, rentgen diffraktogrammasi boshqa rentgenogrammalardan farq qiladi;

- 1) Fazoviy tahlil uchun rentgenogrammani tez olinishi;
- 2) Uni hisoblashni osonligi (soddaligi);
- 3) Fon diffuziyasi va chiziqlarning intensivligini aniq va oddiy topish imkoniyati;
- 4) Monokristallarni orientirovkasini tez va aniq aniqlash;
- 5) Sifatli polyus shakllarni tez tuzish.

Shuning uchun rentgen diffraktogrammalarini olish hozirgi kunda keng tarqalgan.

6.4. Zamonaviy diffraktometrlarning tarkibiy qismlari, texnik ko'rsatkichlari va qo'llash imkoniyatlari.

Umumiy maqsadda DRON tipidagi diffraktometrlar Rossiya Federatsiyasi Sankt-Peterburg shahrida maxalliy sanoati tomonidan ishlab chiqariladi (54-rasm).

DRON-7 va DRON-8 diffraktometrlari - amplituda diskriminatsiyasili ssintilyatsion schetchikka ega. Bu zamonaviy apparat juda qulay va materiallarni fazoviy tahlili jarayonidagi barcha masalalarni echishga imkon beradi.

DRON-8 diffraktometrlari vertikal teta-teta goniometrli va namunaning gorizontall joylashtirish imkoniyatiga ega bo'lgan ko'p funktsiyali uskuna moddalarning faza tarkibini, strukturaviy holatini va turli shakl va o'lchamdagi ob'ektlarning keng yo'nalishini rentgen diffraksiyasi bilan tahlil qilishga imkon beradi.

Goniometr o'zgaruvchan radiusga ega (180-250 mm), burchak holatining takrorlanuvchanligi 0,001 darajadan oshmaydi, namuna

tekisligini avtomatik sozlash ta'minlanadi; naycha va detektorning mustaqil va sinxron harakatlari uchun oltita algoritm amalga oshirildi, ular rentgen diffraksiyasini tahlil qilishning barcha ma'lum usullarini qamrab olgan.

**DRON markali diffraktometrlarning tarkibiy qismlari
(57-rasm):**



**A- DRON-7 rentgen diffraktometri,
gorizontal goniometrli,
Sankt-Peterburg (2004 y.)**



**B- DRON-8 rentgen diffraktometri, vertikal $\Theta - \Theta$ goniometrli,
Sankt-Peterburg (2010 y.)**

**57- rasm. Zamonaviy diffraktometrlar
(Rossiya Federatsiyasida ishlab chiqilgan)**

DRON markali rentgen diffraktometrlar quyidagi tarkibiy qismlar bilan jihozlangan (5-jadval):

- ✓ ikki-doirali gorizontal goniometr (DRON-7) yoki vertikal goniometr (DRON-8)- integrasion servodvigatellar bilan ta'minlangan;
- ✓ rentgen trubka - 2,5BCB-27 Cu (himoyalovchi qobiq ichida). Turli fokus o'lchamlari va anod materiallari (Ag, Mo, Cu, Co, Fe, Cr) bilan ta'minlangan BCB 27-29 yoki BCB 40-42 markali

- trubkalar mavjud;
- ✓ yuqori voltli transformator av tok manbai (suv sovitish tizimli);
 - ✓ detektorlar bloki - ssintilyastion detektor NaJ(Tl) БДC-25-04 (rentgen kvantlarni registrasiya kanali bilan);
 - ✓ elektron boshqarish tizimi;
 - ✓ rentgen nurlanishdan himoya va apparatni boshqarish, ma'lumotlarni to'plash uchun informasion **dasturiy ta'minot**.

Jadval 5. DRON-7 va DRON-8 diffraktometrlarning asosiy texnik ko'rsatkichlari

Diffraktometrlarning asosiy texnik ko'rsatkichlari		
Ko'rsatkichlar	DRON-7	DRON-8
Rentgen-optika tizimi	Bregg-Brentano	Bregg-Brentano
Goniometr turi	Gorizontal	Vertikal $\Theta - \Theta$
Burchaklarni skanerlash diapazoni, $2\Theta^\circ$	- 100 + 165	$2\Theta^\circ$: -5 - + 165 Θ° : -5 - + 95
Minimal skanerlash qadami, $2\Theta^\circ$	0.001	0.001
Pozitsiya aniqligi, 2Θ va Θ°	± 0.005	± 0.005
Tezligi, $^\circ/\text{min}$	720	300
Rentgen trubka	2,5BCB-27Cu	2,5BCB-27Cu
Sstintilyastion detektor	NaJ(Tl) БДC-25-04	NaJ(Tl) БДC-25-04
Registrasiya qilish tezligi, imp/sek	5×10^5	5×10^5
Ish quvvati, kVt	5.5	3
Elektr ta'minot, V/Hz	220/50	220/50
Gabarit o'lchamlari, mm	1100x1800x1050	1100x1300x1900
Massa, kg	470	600
O'rnatilish maydoni, m^2	5	5

Qo'shimcha ta'minot imkoniyatlari	✓ Monolit namunalar ushklagich (aylanishsiz); ✓ Tekstura va makrokuchlanishlar tahlili uskunasi IIITM; ✓ Yuqori haroratli kamera HTK-1200N; ✓ Energiya-dispersiyali qattiq Si(Li) detektor; ✓ Beta-filtrlar - turli nurlanish uchun (Mo, Cu, Co, Fe, Cr, V) ✓ Turli fokus va anod materiallari (Ag, Mo, Cu, Co, Fe, Cr) bilan ta'minlangan trubka; ✓ Rus tilida tahlil qilish kompyuter dasturi	✓ Katta namunalarni tahlil qilish uchun to'rt o'qli xyzφ-katta namunalar ushlagich ; ✓ XY-skanerlash; ✓ Z-harakatlanish; ✓ Yuqori haroratli tahlil uchun yuqori haroratli kamera HTK-1200N; ✓ Yuqori haroratli kameralar- 1600, 2000 и 2300°C; ✓ Turli anod materiallari (Ag, Mo, Cu, Co, Fe, Cr) bilan ta'minlangan trubka.
--	---	---

Birinchi markali apparatlarda (URS-25 I, URS-50 I va URS-50 IM) rentgen nurlari detektori sifatida Geyger-Myuller schyotchigidan, zamonaviy apparatlarda esa (DRON-4, DRON-7, DRON-8 va boshqalar-**57-58 rasm**) – detektorlar sifatida sstintillyastion schyotchikdan foydalaniladi.



A



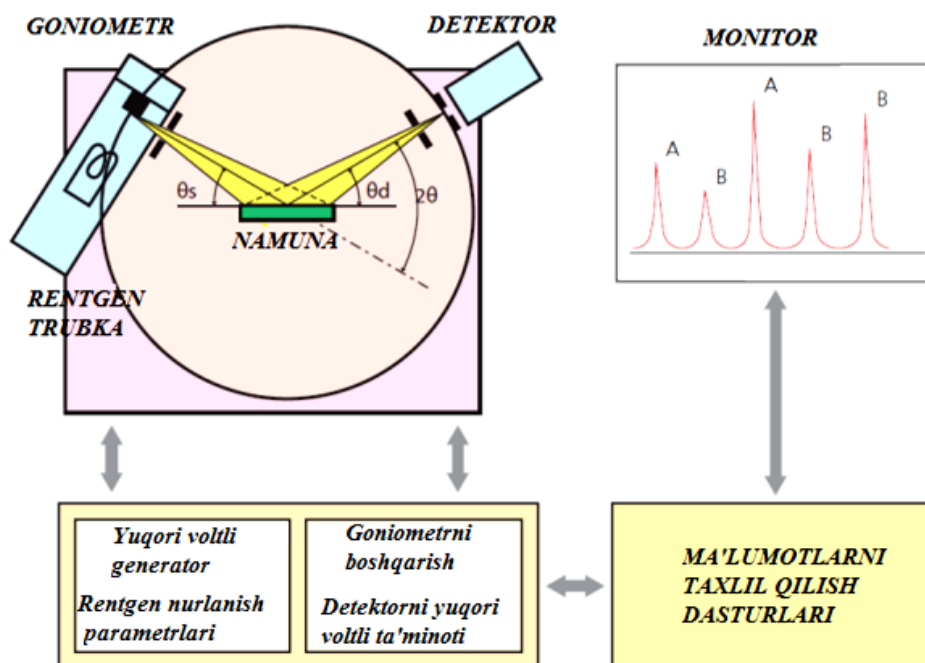
B

A- PXRD-difraktometri (vertikal $\Theta - \Theta$ goniometri ko'rsatilgan holda), Bruker-Advance

B- Shimadzu XRD-7000 (MAXima_X XRD-7000 vertikal $\Theta - \Theta$ goniometrli), Yaponiya

58- rasm. Zamonaviy diffraktometrlar (Germaniya, Yaponiya).

Shimadzu XRD-7000 (MAXima_X XRD-7000 vertikal $\Theta - \Theta$ goniometrli) diffraktometrni ishlash tartibi 59-rasmda keltirilgan.



59- rasm. Shimadzu XRD-7000 (vertikal $\Theta - \Theta$ goniometrli) diffraktometrni ishlash tartibi.

6.5. Nurlanish detektorlarining qisqacha tavsifi.

Proporstional va Geyger-Myuller hisoblagichlari. Ular ionizatsion tabiatiga ega. Hisoblagich korpusi shisha trubadan iborat bo'lib, ichida gazi bor (odatda argon yoki kripton, bosimi 500 mm simob ustuni) U ikkita elektrod (anod va katod) dan tashkil topgan. Trubka yoni rentgen nurlarini kam yutuvchi materiallardan (slyuda, berilliy va boshqalar) yasalgan.

Rentgen nurlari kvantlari hisoblagichga tushib, gazlarni ionlashtiradi; hosil bo'lgan ionlar (elektrodlar orasidagi potentsiallar mavjudligida) tok impulsini yaratadi. Bunda davomiylikni razryad vaqti belgilaydi.

Ionizatsion hisoblagichlar: 200 V ga teng bo'lgan potentsiallar farqida, hamma ionlar elektrodga tushadi va schetchik ionizatsion kamera (V_0 - V_1) rejimida ishlaydi. Tokning kichikligi ($\sim 10^{-12}$ A) va detektorning past sezuvchanligi tufayligi bu rejimda o'lchovlarni o'tkazish murakkab hisoblanadi.

Proporstional scinsillyasion hisoblagichlar. 600-900 V (V_1 - V_2) potentsiallar farqida elektronlar tezligi shunchalik oshadiki, unda tok impulsi kuchayadi, ikkinchi ionizatsion effekt yhosil bo'ladi; biroq bu hodisa kichik qismlarda hisoblagich iplari bilan chegarangan va shuning uchun tez kuchini yo'qotadi. Hisoblagichning kichik "o'lik vaqti" ga $5 \cdot 10^5$ imp / sek gacha qayd etish imkoniyatini beradi.

Impulsi tok kattaligi taxminan 10^{-7} A ga teng va rentgen kvanti energiyasiga proporstional. Shuning uchun bunday rejimda ishlovchi ionizatsion hisoblagichlarni proporstionalli deb ataladi.

Geyger-Myuller hisoblagich schyotchigi. Agar potentsiallar farqi V_3 ga oshirilsa, iplar bo'ylab ikkilamchi razryad tarqaladi. Schyotchik Geyger-Myuller hisoblagichi rejimida ishlaydi. Impuls kattaligi endi kvant energiyasiga bog'liq emas, ammo 10^{-3} A gacha oshadi. Bu registraziya qilishni osonlashtiradi.

Bu narsa schyotchikning "o'lik vaqti" ni kattalashtiradi va natijada hisobning maksimal tezligi $5 \cdot 10^3$ impuls / sekundga kamayadi.

Geyger-Myuller hisoblagichning xizmat qilish muddati 10^3 impulsgacha, proporstional hisoblagich schyotchiklarniki esa 10^{12} impulsga teng.

2. Havoda o'zgarmaydigan namunalarni tayyorlash. Yaxshi maydalangan kukunni kley (rezina kleyi yoki stapon-lak) bilan qorishtirib aralashma tayyorlanadi. Keyin nozik tola ($d = 0,05-0,1$ mm) kesiladi va tola quriganida egilmasligi uchun kley kam bo'lishi ta'minlanadi.

6.6. Nurlanishni ionizastion qayd etish tahlili apparatlarida diffraktogramma olish usullari.

Rentgen nurlanishi bundan 120-yil burun ochilgan bo'lsa ham tadqiqotlar asosan fotousullarni qo'llash yo'li bilan davom etdi. Bu usul yuqori aniqlikka ega, ammo uni ishlatayotgan ilmiy xodimdan ham rentgenografiya, ham fotografiyadan yuqori malaka talab qiladi.

Keyingi 25-30 yil ichida fotousullarda lauegramma va debaegramma olish o'rniga nurlanishni ionizastion qayd etishga asoslangan diffraktogramma usullari joriy etila boshlandi. Bu usullarda ish olib borish 5.5.-bobda keltirilgan maxsus schetchiklarga asoslangan bo'lib, ularda diffrakstion maksimumlar registrastiya qilinadi.

Hozirgi vaqtda nurlanishni ionizastion qayd etish tahlili apparatlarida diffraktogramma olishning ikki usuli quyidagicha registrastiya qilishga asoslangan:

1. Geyger-Myullerning ionizastion hisoblagich schetchigi yordamida.

2. Sstintillyastion hisoblagich schetchigi yordamida.

Kukun usulida diffraktogramma olish uchun namuna tayyorlash va diffraktogramma olish quyidagicha kechadi:

1. Tekshirilayotgan namunadan 5-10 g ajratib olinadi;
2. Agatli maydalagichda spirt yordamida maydalanadi;
3. Ho'l modda maydalagichda yoqib yuboriladi va quruq kukun olinadi;
4. Diffraktometr apparati ushlagichiga namuna - kukun joylanadi;
5. Diffraktogramma olinadi;
6. Diffraktogramma piklari nomerlanadi;
7. Piklar o'lchami va intensivligi aniqlanadi;
8. Topilgan qiymatlar maxsus jadvallar yordamida d -ga aylantiriladi;
9. Maxsus kitoblar yordamida d va I lar qiymatini solishtirish orqali modda tarkibi aniqlanadi.

Birinchi gazli schetchiklarining takomillashtirilgan turlari proporsional yoki mustaqil nomlari bilan ham ataladi. Tok kuchi yoki impulsar soniga ko'ra rentgen nurlanish intensivligi haqida fikr yuritish mumkin.

Kristall-fosfor (talliy bilan aktivlashtirilgan yodli natriy kristalli) va foto-ko'paytirgichdan tashkil topgan sstintilyastion schetchiklarda Geyger-Myuller gazli schetchiklariga nisbatan fon ancha kichik bo'ladi. Shuning uchun ularning effektivligi ancha yuqoridir.

Rentgen nurlari bilan ishlashda ma'sul tashkilotlar tomonidan belgilangan shart-sharoitlarga qat'iy amal qilish talab etiladi:

1. Rentgen apparatlarida ishlash uchun yoshi 18 ga kirmaganlarga ruhsat berilmaydi;

2. Rentgen apparatlarini sozlash va tuzatishga faqat mahsus ma'lumoti bor kishilargagina ruxsat etiladi;

3. Rentgen apparati joylashgan xonalarga begona shahslarning kirishiga yo'l qo'yilmaydi;

4. Rentgen apparati ishlab turgan vaqtda uning bo'laklariga tegish, yuqori voltli qismlarini ta'mirlash va boshqalar man etiladi;

5. Vaqt-vaqti bilan rentgen nurlanishidan himoya vositalarining effektivligi dozimetrlar orqali tekshirib turilishi shart;

6. Rentgen trubkasi va rentgen kamerasi almashtirilgach apparat o'rnatilgan xonani dozimetr yordamida tekshirib turish kerak.

MUHIM!

Rentgen nurlari bilan ishlashda xavfsizlik texnikasi qoidalariga qat'iy rioya qilish zarur.

Rentgen nurlari tirik organizmga uzoq vaqt ta'sir o'tkazsa salomatlik masalasiga putur etadi:

- 1. Qon tarkibi o'zgaradi;**
- 2. Ichki organlar shikastlanadi;**
- 3. Teri qavati kuyadi.**



Organizm tomonidan yutilgan radiatsiya miqdori – doza ekvivalenti bilan ifodalanadi. Doza ekvivalenti absorbsiya qilingan

dozani sifat faktorga kopaytirmasiga teng hisoblanadi va Sievert o'lchamlarida (Sv) belgilanadi.

Rentgen nurlari bilan ishlashda havfsizlik texnikasi qoidalarini rioya qilishni ta'minlashda rentgen dozimetrlari muhim o'rin egallaydi. Rentgen nurlari dozasi o'lchashda odatda ko'chma asboblardan – universal GRI dozimetrlaridan keng foydalaniladi. Bu asbob bir ipli elektrometr va almashtirib turiladigan ionlanish kameralari to'plamidan tashkil topgan bo'ladi.

Sifat faktori radiatsiya turi va uning solishtirma buzish potensialiga bog'liqdir. 1 Gy (absorbsiya dozasi) – 1 kg material tomonidan yutilgan energiyani belgilaydi.

$$1 \text{ Sv} = 1 \text{ Gy} = 1 \text{ J/kg}$$

Odam organizmiga rentgen nurlanishni ta'sir etish ko'rsatkichlari

Yutilgan energiya dozasi	Organizmga ta'siri	Tirik qolish ehtimoli
100 Sv	Markaziy nerv tuzumi buzilishi	Tirik qolish ehtimoli yoq/faqat 1-2 soat
10 Sv	Osh-qozon, ichak, suyak iligi shikastlanishi	Kichik/ < 50%
1 Sv	Qon tarkibi o'zgarishi	O'rtacha/ > 50%
0,1 Sv	Fizikaviy shikastlanish yoq	To'liq qayta tiklanish mumkin (6 hafta davomida)

7-§. Rentgenografik tahlil usullaridan foydalanish imkoniyatlari

Rentgenografik tahlil usullarini qo'llashning amaliy imkoniyatlari juda katta va moddalarni o'rganishda ushbu usul muhim o'rin egallaydi. Quyida asosiy foydalanish soxalari va imkoniyatlari keltiriladi:

7.1. Tabiiy va sun'iy minerallar va kimyoviy birikmalarning fazaviy tarkibini aniqlash uchun (kimyogar, kristallokimyogar, kristallograf, geokimyogar, geolog, geofizik, fizik, metallurg, optik va boshqalar tomonidan keng foydalaniladi.

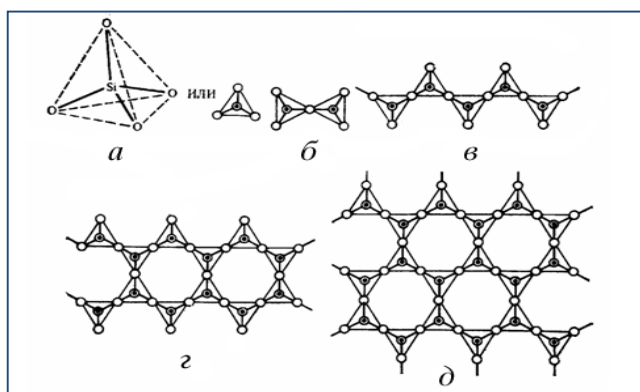
a) Minerallar turini aniqlash (slyuda, piroksen, dala shpati, granat, kvarst, alunit, melilit, vollastonit, mullit, titanat, karbonat, sulfat va boshqalar) - 60-rasm;

b) Bir turli minerallarni turli tiplarini aniqlash (biotit, flogonit, muskovit; natriyli -, kaliyli- va kalstiyli dala shpatlari; kaolinit, galluazit va boshqa tuproq minerallari);

v) Polimorf moddalarda struktura turlarini aniqlash (dala shpatining monoklin yoki triklin shakli, piroksenlarning monoklin va boshqa turlari, nefelinning rombik va geksagonal shakllari va xokazo);

g) Mineral tarkibini sifat va miqdoriy baholash (ion o'lchamlari va boshqalarga bog'liq xolda).

60 rasm. Silikatlarning strukturasini – orolsimon, zanjirsimon, varaqasimon va karkasli.



Keys-misollar. Maxalliy hom ashyolarni o'rganish va boyitish texnologiyasini ishlab chiqish boyicha keys-study¹.

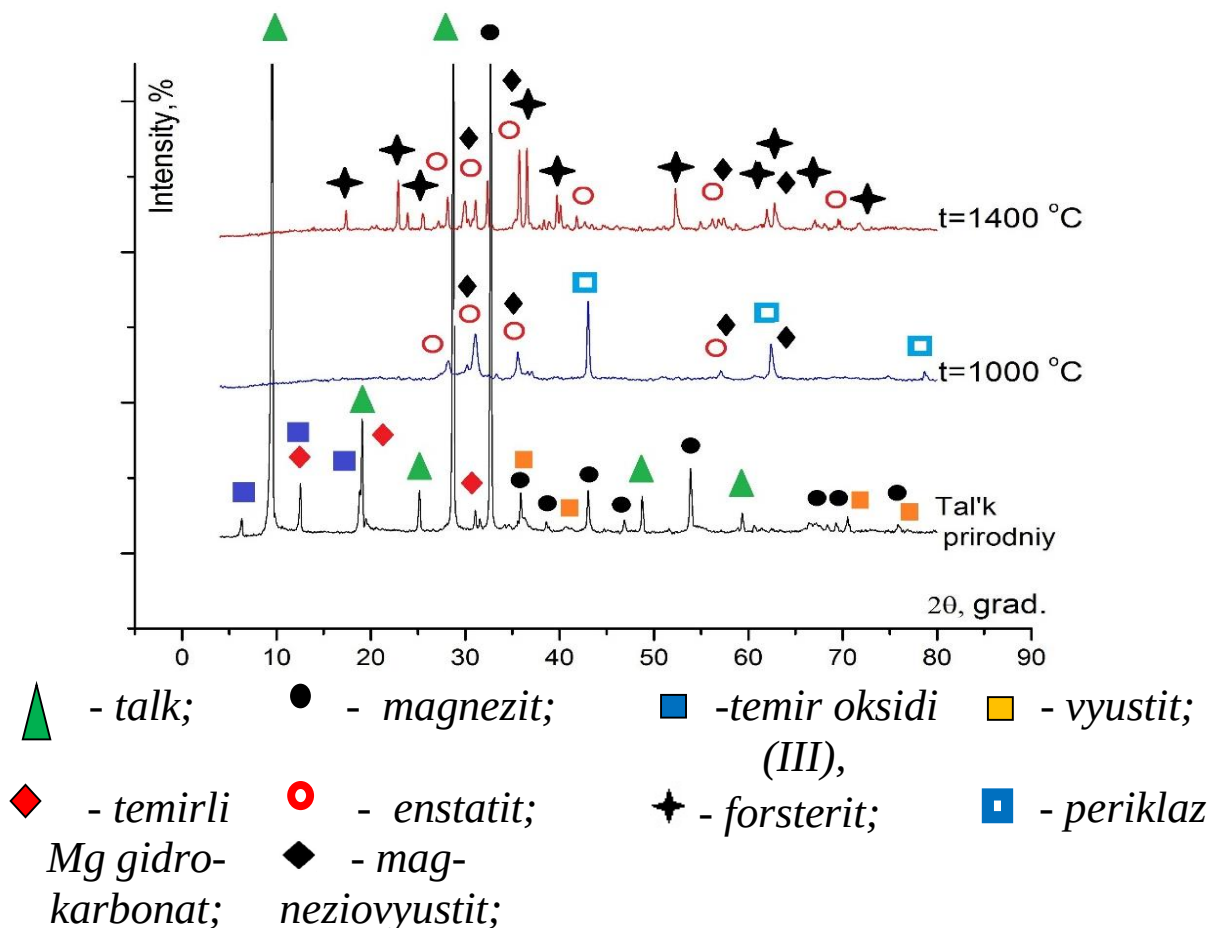
Zinelbulak koni (O'zbekiston) talkni turli haroratlarda mineralogik tarkibini o'rganish maqsadida yarim miqdoriy rentgen-fazaviy tahlil usulidan foydalanildi. Diffraktogramma XRD Shimadzu 6100 (Yaponiya) diffraktometrida $\theta = 5-80^\circ$ burchaklar ostida yozib olindi va Match! (Italiya, Padova Universiteti) dasturi yordamida tahlil qilindi. Tadqiqotlar natijasida tabiiy talk mineralogik tarkibida: talk - 41.0, magnesit - 55,2, temir-magniy bikarbonat $Mg_6Fe_2(OH)_{16}(CO_3)$ - 2.2, temir oksidi: Fe_2O_3 - 0,8 va FeO - 0,8 mas. % mavjudligi aniqlandi (61-rasm).

400-650 °C haroratda magnesitning dekarbonizatsiyasi sodir bo'ladi; talk 900 °C ga qadar qizdirilganda klinoenstatit va kristobalit hosil bo'lishi bilan parchalanadi:



¹ Babakhanova Z., Aripova M. Kh. Highly Refractory Alumina-Periclase-Carbon Ceramic Materials Based on a Spinel Binder// Ж. Refractories and Industrial Ceramics. Springer Science+Business Media NY. 2019. P. 1–5. <https://doi.org/10.1007/s11148-019-00253-w>.

1000 °C haroratda issiqlik bilan ishlov berishdan so'ng yarim miqdoriy rentgen fazaviy tahlil qilish natijalariga ko'ra, kristalli faza enstatit $\text{Mg}_2(\text{Si}_2\text{O}_6)$ - 37,8, klino-enstatit MgSiO_3 - 19, periklaz MgO - 38, magniyli magnetit $\text{Mg}_{0.04}\text{Fe}_{2.96}\text{O}_4$ - 4 (Match! dasturi ma'lumotlar bazasida №00-073-2273-sonli etalon bilan solishtirildi) ma'lumotlar bazasida, Fe_2O_3 - 1,2 mas.% fazalardan iborat.



61-rasm. Tabiiy (quydirilmagan) va 1000, 1400°C haroratlarda kuydirilgan talk-magnezitni diffraktogrammalari.

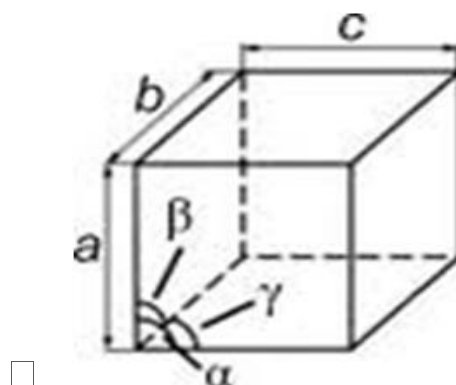
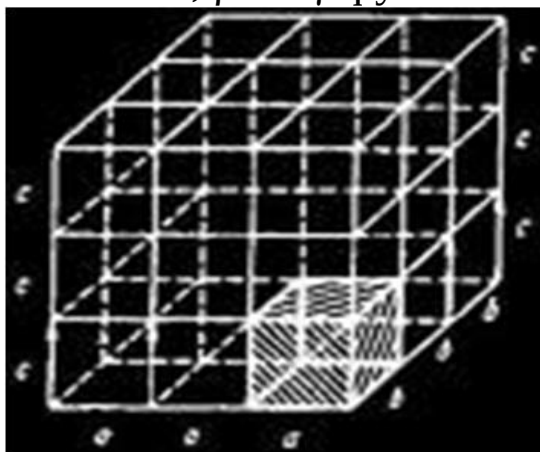
1400 °C haroratda asosiy kristalli fazalar tarkibida o'z ichiga temir olgan forsterit $[\text{Mg}_{0.985}\text{Fe}_{0.015}]_2(\text{SiO}_4)$ - 70 (Match! Ma'lumotlar bazasida №00-071-0792-sonli etalon) va $\text{Mg}_2(\text{Si}_2\text{O}_6)$ - 24, magniyli magnetit $\text{Mg}_{0.04}\text{Fe}_{2.96}\text{O}_4$ - 6 mas. % tutgan (61-rasm).

Hulosa: Demak rentgen-fazaviy tahlil usuli yordamida hom ashyo tarkibidagi minerallar turi, ularning tarkibi va miqdori aniqlandi; turli haroratlarda ishlov berish natijasida hosil bo'lgan yangi turdagi moddalar mineralogik va kimyoviy tarkibi aniqlandi; qaysi mineral tarkibida temir qo'shimchalari mavjudligi aniqlandi va olingan natijalar asosida

talk-magnezitni temir oksididan tozalash maqsadida boyitish usullari ishlab chiqildi.

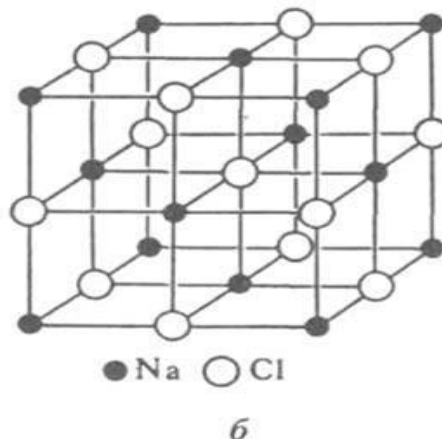
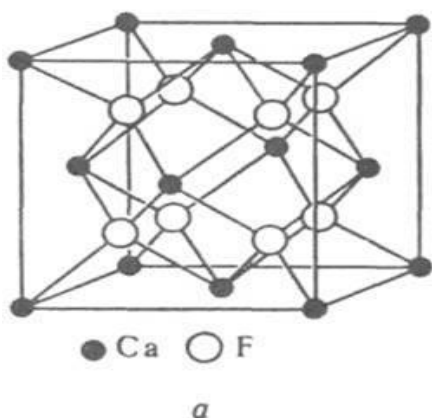
7.2. Struktura tahlili uchun:

- a) Moddalarning simmetriyalarini aniqlash;
- b) Simmetriya fazoviy gruppalarini-elementar yacheykada molekula, ion, atomlarni simmetrik joylashishini aniqlash;
- v) Elementar yacheyka o'lchamlarini aniqlash – parametralar: a , b va c ; burchaklar: α , β va γ qiymatlarini aniqlash uchun (62-rasm);



62 rasm. Elementar yacheyka.

- g) Panjaradagi atom, ionlarning koordinati va atomlar orasidagi masofa;
- d) Moddaning kristallik strukturasi bayoni, strukturani tashkil qiluvchi atomlar orasidagi masofa, koordinastion raqam va boshqalar. Masalan CaF_2 , osh tuzi NaCl va ZnS ning kristall panjarasini tuzilishi 23- rasmda keltirilgan.



63-rasm. Kalstiy ftoridi CaF_2 (a) va osh tuzi NaCl (b) kristall panjarasi tuzilishi.

Keys-misollar. Zahchahona maxalliy grafitining kristall panjara parametrlarini aniqlash keys-study².

Grafitning kristalligini aniqlash va grafit konsentratdagi amorf uglerod miqdorini aniqlash uchun rentgenografik tahlil Bruker AXS D8 Advance diffraktometrida (Bruker, Germaniya) amalga oshirildi. Boyitilgan Zahchahona grafit konsentratining rentgenografik tahlil natijalariga ko'ra tarkibi aniqlandi: C grafit (geksagonal sinongiya) - 90,3; kalsit CaCO_3 (romboedrik singoniya) - 6,2; Kvarts SiO_2 (geksagonal singoniya) - 3,5 mas. % (6 jadval).

Jadval 6. Grafit konsentratning va etalon namunalarning rentgenografik kor'satkichlari*.

№	Tahlil qilina- yotgan grafit konsentrati uchun rent- genografik korsatkichlar		Match! dasturi ma'lumotlar bazasidan olingan etalonlar uchun rentgenografik ko'rsatkichlar						
			Grafit C, geksagonal sin- goniya, № 00-04101487			Kalsit CaCO_3 romboedrik sin- goniya, № 00-072-1937		Kvarts SiO_2 geksagonal singoniya, № 00-087-2096	
	d_{hkl} , nm	I, %	d_{hkl} , nm	I, %	hkl	d_{hkl} , nm	I, %	d_{hkl} , nm	I, %
1	0,4271	0,99						0,4254	17
2	0,3817	0,34				0,3858	9		
3	0,3374	100	0,3375	100	002				
4	0,3310	1,9						0,3343	100
5	0,3049	2,8				0,3039	100		
6	0,2494	0,44				0,2497	15		

² Эргешов А.М., Хамидов Р.А., Хакбердиев Н.М., Арипова М.Х., Бабаханова З.А. Геологическое строение, вещественный состав проявления графита Захчахона // Геология и минеральные ресурсы. - Ташкент. 2013, № 2. - С. 48-54.

7	0,2448	0,33						0,2456	5
8	0,2294	0,77				0,2287	20		
9	0,2278	0,28						0,2281	17
10	0,2136	0,57	0,2139	2	100				
11	0,2124	0,34						0,2127	3
12	0,2101	0,68				0,2209 6	14		
13	0,2038	0,89	0,2039	6	101				
14	0,1910	0,20				0,1915	19		
15	0,1882	0,56				0,1877	19		
16	0,1802	0,46	0,1807	1	102			0,1802	3
17	0,1683	0,49	0,1681	4	004				
18	0,1673	0,4						0,1672	0,3
19	0,1660	0,25						0,1658	1,3
20	0,1548	0,39	0,1548	1	103				

* Z.A.Babaxanova doktorlik dissertasiya ishidan olingan.

Geksagonal singoniya kristall panjarasi uchun elementar yacheyka parametrlarini aniqlash kvadratik formulasi quyidagicha:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{1}{a^2} \cdot \left\{ \frac{4}{3} \cdot (h^2 + k^2 + hk) + \frac{l^2}{(c/a)^2} \right\}$$

Ushbu tenglama asosida grafitning elementar yacheyka parametrlarini hisoblash natijalari 7-jadvalda keltirilgan.

Jadval 7. Grafitning elementar yacheyka parametrlarini hisoblash natijalari.

№	Bregg bur- chagi θ , grad.	Tekis- liklararo masofa, d_{hkl} , nm	Diffraktsion chiziqliq in- tensifligi I, %	Mil- ler in- deksi	Hisoblangan elementar yacheyka o'lchamlari, nm		
			I _{solishtirma}	hkl	a	b	c
1	13,205	0,3374	99,66	002			0,6749
2	21,155	0,2136	1,99	100	0,2467	0,2467	
3	22,23	0,2038	5,98	101	0,2469	0,2469	
4	25,33	0,1802	1,0	102	0,2462	0,2462	
5	27,26	0,1683	3,99	004			0,6733
6	29,86	0,1549	1,0	103	0,2469	0,2469	
O'rta arifmetik ko'rsatkich					0,2467		0,6741

Hulosa: Zahchahona boyitilgan grafitning elementar panjara parametrlarining hisoblangan arifmetik o'rtacha qiymatlarini ($\bar{a} = 0.2467$ nm; $c = 0.6741$ nm) etalon bilan taqqoslash (Matsh! bazasidagi № 00-04101487, geksagonal singoniya, P63/mmc fazoviy guruhi, $a = 0.2470$ nm; $c = 0.6724$ nm), qiymatlarning bir biriga mosligini ko'rsatdi (Δ 0.001 nm dan kam), bu esa maxalliy kontsentratsidagi grafit tuzilishining yuqori tartiblanganligini ko'rsatdi.

7.3. Moddaning monokristalligi yoki polikristalligi aniqlash uchun:

a) Moddaning monokristalligi - monokristalni strukturaviy etukligi, qo'shaloqlarning mavjudligi, o'lchami, sifati va boshqa diagnostik parametrlarini baholash imkon;

b) Moddaning polikristalligi – polikristallar kimyoviy tarkibi, polikristall zarrachalari o'lchami va xokazo.

4. **Mineral strukturasidagi u yoki bu elementlar va ularning shaklini aniqlash** - mineral, rudadagi qo'shilma (izomorf, mexanik) larning qanday aralashmaligi va eruvchanligini o'rganish uchun.

5. Tog' jinslari va rudalarini sifati va miqdorini fazoviy rentgenografik tahlili.

6. **Minerallarning dispersligi va kristallarining kattaliklarini baholash.**

7. **Minerallar strukturalari tuzilishi,**

nuqsonlar-Shotki, Frenkel noaniqliklari va dislokastiyalarni baholash.

8. Rentgenoamorf va kolloid minerallarni o'rganish;

9. Minerallarning barqarorligi va turli ta'sirlardan fazoviy o'zgarishini o'rganish;

10. Zichlik, issiqlikdan kengayish koeffitsienti, Kyuri nuqtasi, qattiq eritmalarning idealligi yoki defekt strukturaga ega ekanligi kabi fizik xossa - xususiyatlarini aniqlash;

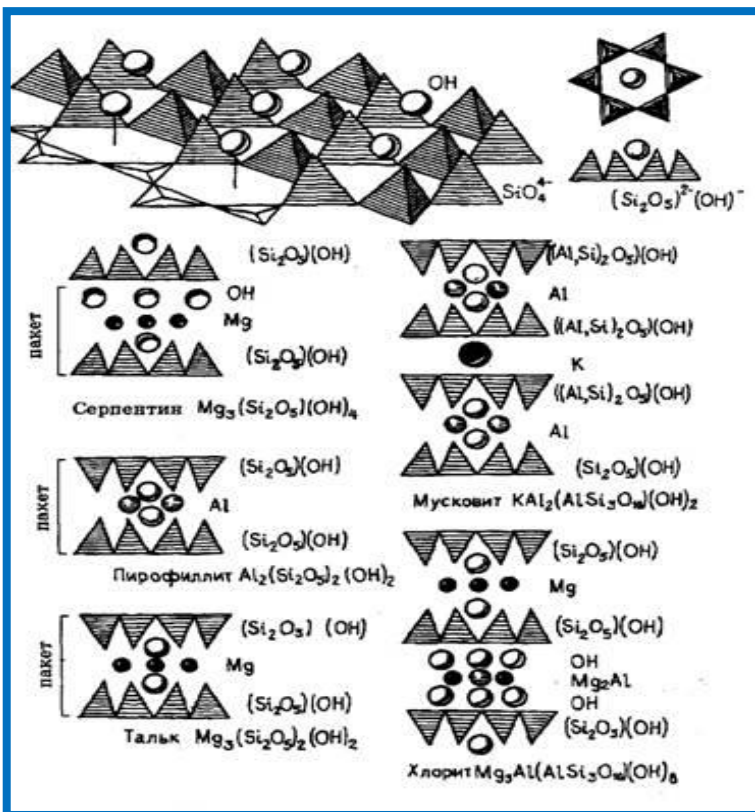
11. Xona xaroratidan 1500°C li xarorat ta'sirida ro'y beruvchi fizik-kimyoviy o'zgarishlarni aniqlash;

12. Minus 190°C gacha tadqiqotlar olib borish, sovuqlik ta'sirida ro'y bergan o'zgarishlarni aniqlash;

13. Rentgenografik tahlilni xavo sharoitida olib borish va olingan natijalar turg'unligini ta'minlash;

14. Rentgenografik tahlilni yuqori bosim ostida maxsus kameralardan foydalangan xolda olib borish;

15. Shisha, kanifol, gudron kabi noorganik va organik moddalarni kichik rentgen burchaklari ostida tekshirish va ularda bor bo'lgan fragmentlarni aniqlash.



8-§. Rentgenografiya natijalarini kompyuter tahlil qilish dasturlari. Rentgenografik tahlilning afzallik va kamchiliklari.

8.1. Rentgenografik natijalarini kompyuter dasturlari

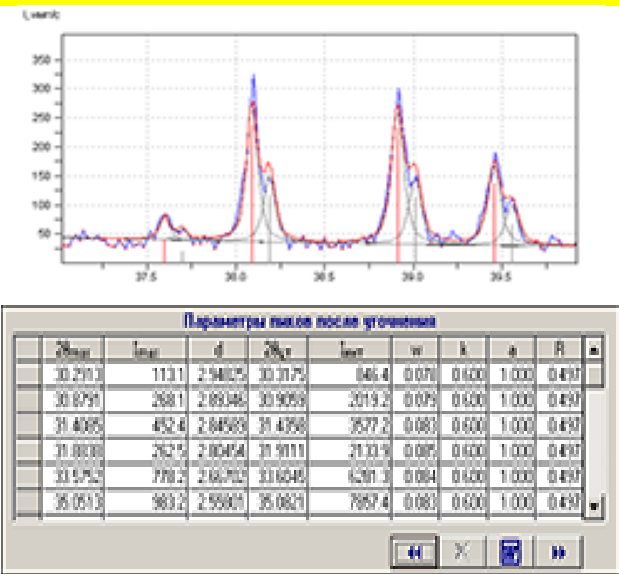
yordamida tahlil qilish

Rentgenografiya, rentgen-strukturaviy va rentgen-fazaviy usullardi olingan natijalarini tahlil qilishda turli kompyuter dasturlaridan foydalanish mumkin. Shu jumladan, diffraktogrammalarni matematik-uslubiy dasturiy ta'minotiga Match!, PDWin kompleksi, DRWin, "Retrieve and Search-Match", QUAN, IND, PARAM, TheorPattern, Rietveld, Size&Strain, PDWin-Cem va boshqa dasturlar kiradi.

Har bir matematik-uslubiy dasturning afzalliklari va kamchiliklari, qo'llanilish soxalari va imkoniyatlari mavjud. Ba'zi dasturlar to'liq ingliz tilida, ba'zilar esa rus tilida interfeyslar bilan ta'minlangan. Dasturlarning asosiy qismi avtomatik tarzda diffraktogrammadagi piklarni identifikatsiya qilish, standartlar bazasi bilan solishtirish, bir necha ming kristall moddalarning etalon rentgenogramma bazalari bilan ta'minlangan.

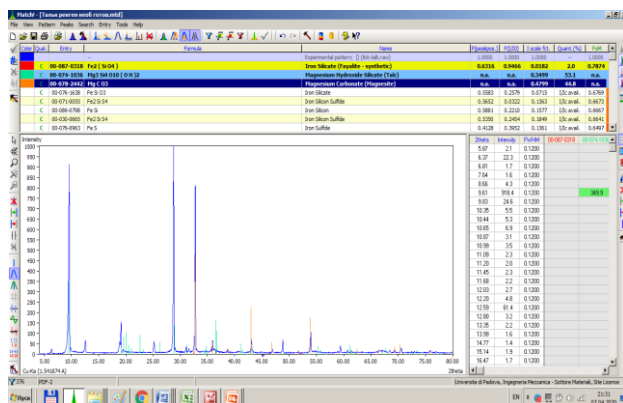
8-jadvalda rentgenografiya natijalarini kompyuter dasturlari yordamida tahlil qilish uchun qo'llaniladigan ba'zi dasturlar va ularni imkoniyatlari yoritib berilgan.

8 Jadval. Rentgenografiya natijalarini kompyuter dasturlari yordamida tahlil qilish*.

Dastur nomi	Tahlil qilish imkoniyatlari
DrWin dasturi	
	✓ Butun diffraktogramma yoki uning qismini tahlil qilish ✓ Moddalar tarkibi va miqdorini aniqlash ✓ Fon aproksimatsiyasi (polinom usuli) ✓ K-dupletlarni ajratish ✓ Burchak pozitsiyalarini aniqlash ✓ Soxta Voyt funksiyasining refleksi profillariga yaqinlashish (butun massiv uchun yoki har bir cho'qqiga alohida)

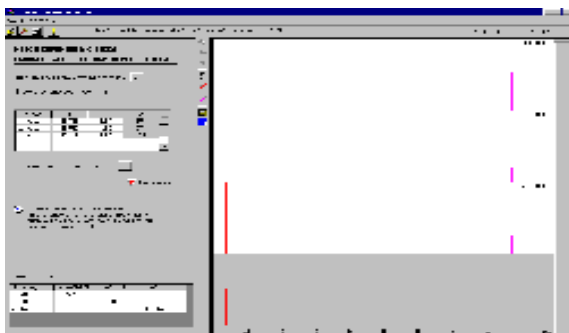
- ✓reflekslarning chiziqli va integral intensivligini hisoblash
- ✓FSW reflekslarini hisoblash

Match! dasturi, Retrieve va Search-Match dasturi (sifat rentgen fazaviy tahlil qilish va kukunlari bazasi bilan ishlash)



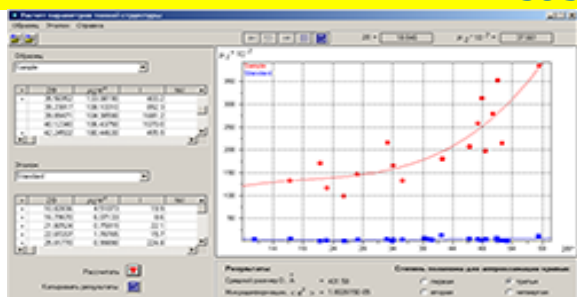
- ✓Diffraktsiya ma'lumotlari xalqaro markazining (ICDD) PDF-2 / PDF-4 kukunlari bazasini sifat tahlil qilish uchun foydalanish
- ✓Avtomatik yoki tanlov qidirish algoritmi
- ✓Qidiruvni soddalashtirish uchun maxsus pastki jadvallarni yaratish imkoniyati
- ✓O'zingizning standartlaringizni ma'lumotlar bazalariga qo'shish imkoniyati
- ✓Turli mezonlar, bazalar (sub-bazalar) bo'yicha fazaviy tahlilni o'tkazish
- ✓Tasodifiy chiziqlarni pozitsiya va intensivlik bo'yicha tahlil qilish
- ✓Korund usuli bilan komponentlarning konsentratsiyasini hisoblash
- ✓Ma'lumotlar bazasiga kirish, shu jumladan tanlangan mezonlar bo'yicha qidirish

Quan dasturi (miqdoriy tahlil)



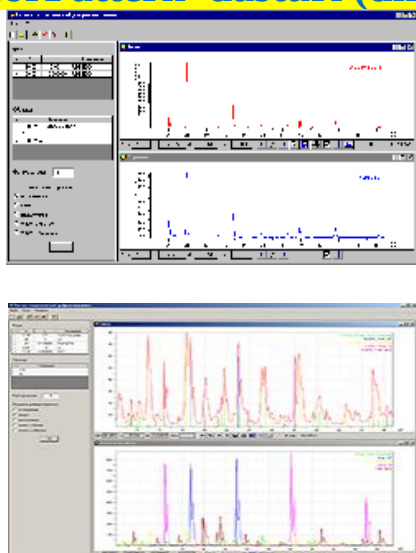
- ✓ Ko'p fazali aralashmaning to'liq tahlili
- ✓ n-komponentli sistemani tahlil qilish
- ✓ Ma'lum massa yutish koefitsientli namunani tahlil qilish
- ✓ Ichki standartlar usuli
- ✓ Korund sonlari usuli
- ✓ Qo'shish usuli
- ✓ Suyultirish usuli

Size&Strain dasturi (Kogerent tarqalish va mikrodeformatsiya hududlarini hisoblash)



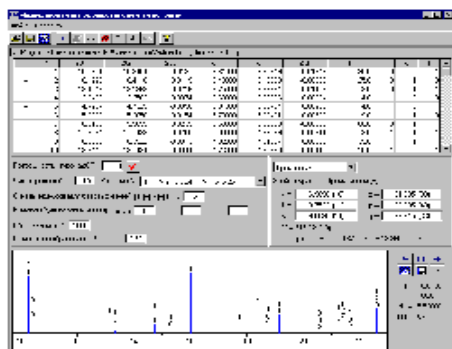
- ✓ Kristallitlar o'lchamlari va mikrotuzilishini momentlar usuli yordamida aniqlash
- ✓ Instrumental faktorlarni hisoblash
- ✓ Boshqa etalon standartidan foydalanganda yutilishni hisoblash usuli

TheorPattern dasturi (diffraktogrammani nazariy hisoblash)



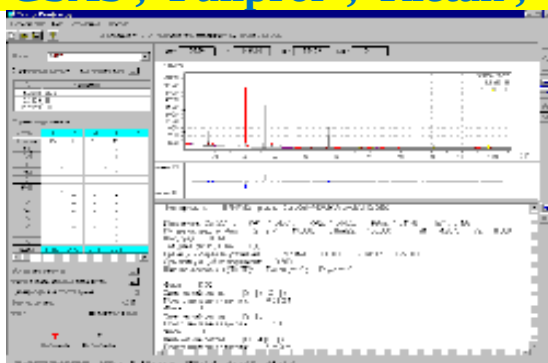
- ✓ Strukturaviy ma'lumotlarga ko'ra ko'p fazali aralashmalarining diffraktogrammalarini modellashtirish
- ✓ Instrumental omilni hisobga olish
- ✓ Har bir faza uchun kristallitlarning tuzilishi va hajmini alohida ko'rib chiqish
- ✓ Model diffraktogrammani eksperimental bilan taqqoslash
- ✓ O'rnatilgan matematik kristallografiya to'plami

Ind dasturi (Avtomatik indekslash)

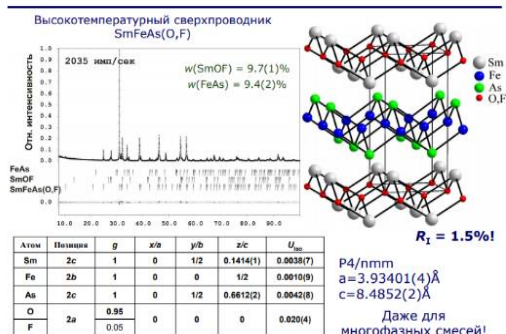


- ✓ Brave panjarasining turini aniqlash
- ✓ Elementar yacheykani tanlash
- ✓ Diffraktsiya aks ettirish indekslarini hisoblash
- ✓ Natijalarni shtrix-diagramma shaklida vizualizatsiya qilish

GSAS , Fullprof , Rietan , MAUD , Jana (Rietveld usuli)

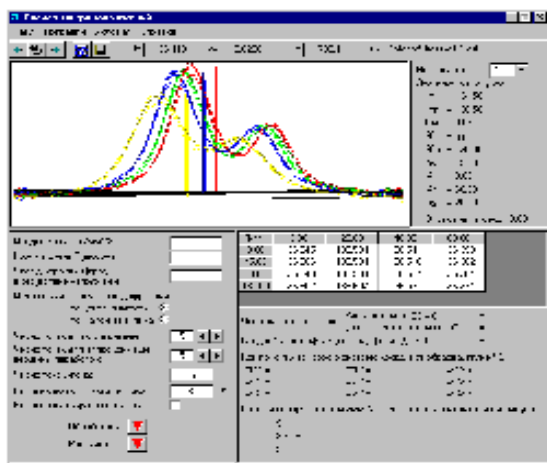


Результаты уточнения кристаллической структуры



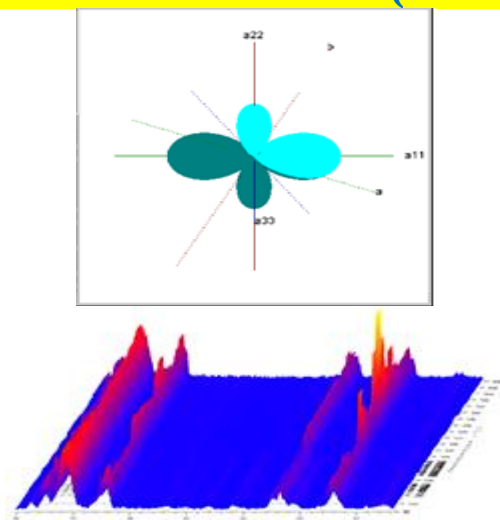
- ✓ Bir fazali / ko'p fazali polikristall namunaning struktura tuzilishini aniqlashtirish
- ✓ Polinomik va fizikaviy fonni hisoblash
- ✓ U, V, W, X, Y individual koefitsientlarini turli fazalar va reflekslarning turlari uchun aniqlashtirish
- ✓ Har bir faza uchun elementar yacheyka parametrlarini, atom va issiqlik parametrlarni, atom pozitsiyasini aniqlashtirish
- ✓ Taqqoslash va aniqlash strategiyasini tanlash va aniqlash shartlarini boshqarish
- ✓ Beshta R-omillarni hisoblash

MacroStress dasturi (Makro-Stress kuchlanishlarni hisoblash)



- ✓ Maksimum burchak o'rnini og'irlik markazi yoki eng yuqori cho'qqi asosida hisoblash
- ✓ Taxrirlash matritsasini topish
- ✓ Chiziqli, tekis va hajmli makrostresslarni hisoblash
- ✓ Kuchlanish xatolarini hisoblash

Termo (Termo-rentgenografiya)



- ✓ 3D vizualizatsiya - o'lchangan ma'lumotlarni "diffraksiya burchagi - intensivlik - harorat" koordinatalarda ko'rsatish
- ✓ Ichki yoki tashqi standart bo'yicha eksperimental ma'lumotlarning butun qatorini kalibrovka etish
- ✓ Kalibrovka ma'lumotlarning butun massivi uchun elementar yacheyka parametrlarini aniqlashtirish
- ✓ Fazali o'tish nuqtalarini aniqlash
- ✓ Har xil yo'nalishdagi termal kengayish koeffitsientlarini (TKLR) aniqlash va termik deformasiya tensorlari

* - <http://elementum.kz/multifunctional-x-ray-diffractometer>

Sifat rentgen tahlili kristall fazalarni ularning o'ziga xos tekisliklararo masofalari $d(hkl)$ va rentgen spektrining mos chiziq intensivligi $I(hkl)$ asosida aniqlashdan iborat.

Miqdoriy rentgen tahlili aralashmaning ma'lum fazalari miqdorini aniqlashdan iborat; namunadagi kristallarning, zarrachalarning o'rtacha o'lchamlarini, ularning o'lchamlarini taqsimlash funktsiyasini,

chiziqlar profilini tahlil qilish orqali aniqlash; ichki kuchlanishlarni o'rganish - diffraksion chiziqlar profilini va shu chiziqlar holatining siljishini tahlil qilish; teksturalarni o'rganish, ya'ni kristallitlarning asosiy yo'nalishini o'rganish imkoniyatini taqdim etadi. Miqdoriy rentgen tahlili o'rganilayotgan ob'ektdagi diffraksiya aks ettirish intensivligining tegishli fazaning tarkibiga bog'liqligiga asoslanadi.

Diffraksiya ma'lumotlari to'plamlari va ular asosida tahlil qilish imkoniyatlari. Rentgen diffraktogrammalarning eng to'liq to'plamlari **V.I. Mixeevning** "Minerallarning rentgen-aniqlash"³ va 1970 yilgacha Amerika Sinov Materiallari Jamiyati (ASTM) tomonidan nashr etilgan **"Rentgen-kartoteka"si** hisoblanadi. Keyinchalik diffraksiyasi standartlari to'plamlari qo'shma qo'mita (JCPDS) tomonidan nashr etiladi. Hozirgi vaqtda kartotekada 40 ta nashr (bo'lim) mavjud bo'lib, ularda noorganik va organik birikmalar va mineralarning diffraksiyasi ma'lumotlariga ega 40 000 dan ortiq etalon kartalar mavjud⁴. V.I. Mixeev va E.Saldu tomonidan tuzilgan "Minerallarning rentgen-aniqlash" keng qamrovli ma'lumotlarni o'z ichiga oladi, bu eng kuchli beshta chiziq bo'yicha mineralarni aniqlash; mineralarning rentgenogrammalarining batafsil tavsifi; adabiyotlar ro'yxati; mineralar tasnifi va to'liq mundarija, mineralar klassifikatsiyasi keltirilgan. Umumiy mineralardan tashqari, mineralarning ayrim guruhlar uchun maxsus saralashlar mavjud. Ma'lum bir sinf mineralari yoki birikmalarini tahlil qilishda ularni umumiy tabiatning katta to'plamlarga qaraganda ishlatish qulayroq.

8.2. Rentgenografik tahlil afzalliklari va kamchiliklari.

Rentgenografik tahlilning juda ko'p afzalliklari bor. Ulardan asosiylari qatorida quyidagilarni qayd etish mumkin:

1. Floresstent nurlanishni filtrlash maqsadida monoxromatlardan foydalanish imkoniyati beradi.
2. Intensivlikni yuqori aniqlikda o'lchash mumkinligi (chegaralar fotografik usulda 5-7 %, elektrik usulda o'lchashda 0,5-1%).
3. Tekshirish natijalarini xujjatliligi. Ikkilamchi nurlanishni fotografik qayd etishda rentgenogrammaning xamma liniyalari bir vaqtning o'zida qayd etiladi. Diffraktometr yordamida turli chiziqlarning

³ В.И.Михеев. Рентгенометрический определитель минералов. Государственное научно-техническое издательство литературы по геологии и охране недр, Москва, 1957 г., 862 стр. <https://www.geok-niga.org/books/16471>

⁴ Интернет ресурс: Powder Diffraction FileTM (PDF®) Search. <https://www.icdd.com/pdfsearch/>

intensivligi hisobga olinadi, schyotchik aylanishi yoki ionizastion kameraning o'ziyozar mashinkasida yoziladi.

4. Kristallarning o'lchamlarini aniqlash imkoniyati. Polikristall o'lchami (10^{-3} - 10^{-5} sm oralig'ida yotgan bo'lsa rentgenogrammada uzluksiz va nozik chiziqlari qayd etiladi. 10^{-5} sm dan kichik o'lchamli kristallarning mavjudligi chiziqlarning "diffrakstion kengayish"ga olib keladi. Agar kristallar yirik donali va 10^{-3} dan katta bo'lsa, rentgenogramma donador, ya'ni alohida nuqtalardan tashkil topadi. Chiziqlarda kuzatilayotgan ikkala o'zgarishni ham kristallarning o'lchamlarini aniqlashda ishlatish mumkin.

5. Kichik burchak ostida kichik o'lchamli ob'ekt rentgenogrammalarini olish imkoniyati (masalan, qattiq eritmalarning tuzilishi bir xilda emasligi, shisha va boshqalar).

6. Teksturani aniqlash imkoniyati (mayda kristall - agregatlarning yo'naltirish qonuniyatlari).

7. Usulning yuqori darajada unumdorligi (difraktometriya);

8. Kristallning kerakli yo'nalishi bo'yicha qo'yishi va rentgenogramma-sini olish imkoniyati.

9. Rentgenografiya usulining ta'sirida elektronografiya va neytrono-grafiya usullarining paydo bo'lishi va takomillashishi. Ularda elektronlar yoki neytronlar bog'larining namunaga ta'siri qayd etiladi.

Usulning kamchiliklari. Rentegenografiya usulining afzalliklari juda ko'p, lekin kamchiliklari ham bor. Olimlar aniqlangan kamchiliklarini bartaraf etib, usul imkoniyatlarini oshirish ustida faol ishlamoqdalar. Usulning kamchiliklar qatoriga quyidagilar kiradi:

1. Usulni amorf moddalar (shisha, kanifol, smola, muz va boshqalar) strukturasini aniqlashdagi kiyinchiliklar. Hosil bo'lgan rentgenogramma yoki to'g'ri chiziqdan iborat, yoki juda past intensivli piklar yig'indisidan iborat bo'ladi. Bu kamchilik rus olimi prof. Paroy-Koshchishch fikricha rentgen nurlari kichik burchak ostida namunaga ta'sir ettirilishini ta'minlash prestizion usuli orqali bartaraf etilishi mumkin. Bu usul shishalarning tuzilishidagi mikro noaniqliklarni tekshirishning to'g'ri usuli hisoblanadi.

2. Polikristall moddalari strukturalarini rentgenografiya usulida echush va tahlil qilish qiyinligi. Ularning atom strukturalarini aniqlash uchun ma'lumotlar ko'pincha etarli emas hisoblanadi.

Diffraksion metodlarning asosiy tamoyillari va ular o'rtasidagi bog'liqliklar quyidagi Klaster diagrammasida keltirilgan:



9-§. Yuqori dispersion rentgen flyuorescent tahlil usuli (EDXRF).

9.1. Yuqori dispersion rentgen flyuorescent tahlil usuli (EDXRF).

X-Ray lyuminescentsiya spektrometriyasi (XRF) - bu namunani buzilmaydigan sinov texnikasiga asoslangan materiallarning element tarkibini tahlil qilish usuli. XRF usuli sement, shisha va keramika ishlab chiqarish, tog'-kon sanoati, mineral xom ashyoni qayta ishlash, temir, po'lat va rangli metall ishlab chiqarish, neft va neft qazib olish, polimer ishlab chiqarish, sud ekspertizasi, farmatsevtika sanoati, dori-darmon ishlab chiqarish, atrof-muhitni muhofaza qilish, oziq-ovqat va kosmetika mahsulotlari ishlab chiqarish sohasida keng qo'llaniladigan yuqori aniqlikdagi tahlil usulidir.

Usulda qollaniladigan spektrometrik tizimlar ikkita asosiy guruhga bo'linadi: to'lqin uzunlikdagi dispersiv rentgen-lyuminescentsiya tizimlari (WDXRF) va energiya dispersion rentgen flyuorescent tizimlari (EDXRF). Ular aniqlash printsipi bo'yicha farqlanadi.

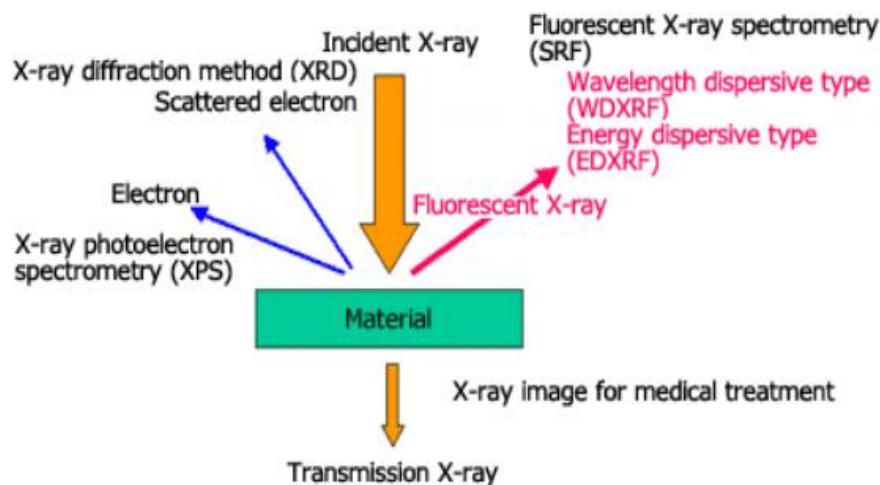
Har qanday spektrometrning asosiy tarkibiy qismlari - bu nurlanish manbai, namuna va aniqlash tizimini o'z ichiga oladi.

9.2. Kompleks tahlilning fizikaviy asoslari.

Yuqori energiya dispersion spektrometrlarda manba vazifasini bajaruvchi rentgen trubkasi namunani bevosita nurlantiradi va energiya detektori namunaning lyuminescentsiyasini o'lchaydi. Ushbu detektor to'g'ridan-to'g'ri namunadan chiqadigan xarakterli nurlanishning energiya qiymatlarini o'lchashga qodir. Detektor chiqayitgan nurlanishni namunadagi har xil elementga taluqli nurlanishga ajratib, aniqlashga imkon beradi - ushbu ajratish hodisasi dispersiya deb ataladi.

Energiya dispersion rentgen- flyuorescent spektrometr juda ko'p sohalarda "oson elementlar tahlillarni amalga oshirishga imkon beradigan asboblarni" sifatida ishlatiladi. Usulning shunday keng qo'llanilishining ko'p qirraliligi bilan bog'liq: namunalarni har xil holatda tahlil qilishni ta'minlash, shu jumladan qattiq modda, kukun, suyuqlik va in-

gichka plyonkalar bilan oldindan oson ishlov berish (namunani tayyorlash) va miqdoriy tahlillarni standart namunasiz bajarish imkoniyatlari



orqali namoyon qiladi.

64-rasm. Modda va rentgen nurlarning ta'sirlashuvi natijasida rentgen flyuorescent spektrometriya fizikaviy asoslari.

Rentgen nurlarining to'liq uzunligi ancha kichkina va yuqori energiyaga ega bo'lishi ilgari mavzularda yoritib berilgan edi. To'liq uzunligi 0,001nm dan 10nm gacha va kuchli otib ketish kuchga ega ekanligi bizga ma'lum.

64-rasmda material va rentgen nurlari o'rtasidagi o'zaro ta'sirlarni va ushbu o'zaro ta'sirlardan foydalanadigan turli xil tahlil usullarini ko'rsatilgan. Ushbu o'zaro ta'sirlar materialning holatini o'rganish uchun muhim ma'lumotlar beradi. Hammaga ma'lum bolgan bir misol sifatida, tibbiyotda rentgen tasviri transmissiya rentgen nuridan foydalanish hisoblanadi. Bu erda biz lyuminestsent rentgen-spektrometriya deb nomlangan element tahlil usuli bilan batafsil tanishtiramiz.

X-nurlarini materialga nurlantirishda materialni o'z ichiga olgan elementga xos bo'lgan energiyaga (to'liq uzunligi) ega bo'lgan lyuminestsent rentgen (xarakteristik rentgen nurlanish) hosil bo'ladi.

Lyuminestsent rentgen energiyasini o'lchash natijasida modda tarkibidagi elementlar aniqlanadi (sifat tahlili) va har bir elementning lyuminiscent rentgenogrammasi intensivligidan konsentratsiyasini (miqdoriy tahlil) o'lchash imkonini beradi. Shunday qilib, rentgen nurlarini

noma'lum materialga nurlantirish va hosil bo'ladigan lyuminescent rentgen nurlarini tahlil qilish orqali materialning sifat yoki miqdoriy tahlillari lyuminescent rentgen-spektrometriya tahlil usuli deb nomlanadi.

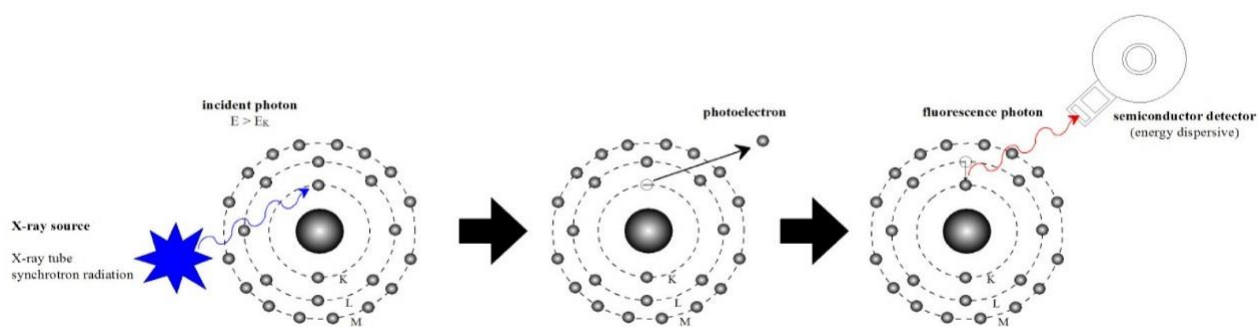
To'lqin uzunlikdagi dispersiv rentgen-lyuminescentiya (WDXRF) spektrometrlaridan farqli energiya dispersion turidagi spektrometrning (EDXRF) xarakteristikalar - bu oddiy tuzilish va arzon narxligi, uning turli xil namunalarga moslashuvchanligi va foydalanuvchiga qulayligi. Rentgen lampasi ixcham (bir necha o'n Vt) va havo bilan sovutilgan, EDS (yarimo'tkazgich detektor) o'zi tahlilni amalga oshirganligi sababli, murakkab spektroskopiya bo'limi zarur emasligidir. EDXRF usulida namunaning holati va shakli muhim emas, shuning uchun katta namunalarni yoki mikro maydonlarni ham tahlil qilish mumkin.

X-ray lyuminescentiya spektrometriyasi (XRF) "xarakterli" lyuminescent nurlanishni chiqaradigan atomning atom raqami bilan bog'laydigan Mozli qonuniga asoslanib, elementar analiz uchun deyarli 100 yil davomida rivojlanayotgan usuldir.

Bugungi kunda lyuminescentiya spektrlarini o'lchash orqali kompozitsiyani tahlil qilish materialshunoslikdan biologiya va medicina fanlarigacha bo'lgan ko'plab tadqiqot yo'nalishlarida qo'llaniladigan odatiy uslubga aylandi.

X-ray lyuminescentiya spektrometriyasi tahlili davriy jadvalning ko'pgina elementlarini ($Z > 5$ (B) qo'llanilishi mumkin, $Z > 11$ (Na) uchun yuqori samarali) tahlil qilish uchun zararsiz, yuqori aniqlik va ko'p elementli usul bo'lib, oddiy yoki hatto hech qanday namuna tayyorlanmasdan amalga oshirish mumkin. Bundan tashqari, lyuminescentiya intensivligi namunadagi elementning konsentratsiyasiga mutanosib bo'lgani uchun nafaqat sifat, balki miqdoriy tahlil ham qilish mumkin.

To'lqin uzunligi va energiya teng bo'lganligi sababli, lyuminescentiya nurlanishini to'lqin uzunligi yoki energiya dispersiyasi rejimida baholash mumkin. Lekin klassik XRF tahlili ultrakam miqdordagi elementar tahlil uchun qo'llanilmaydi va namunani matritsa effektlari tufayli sistematik xatolarga moyil.



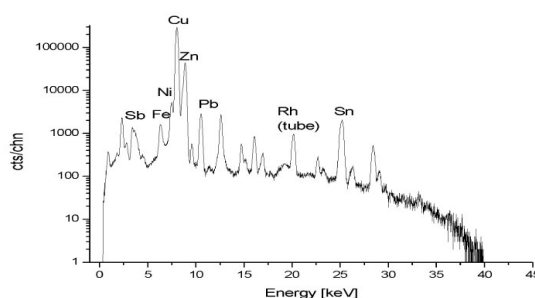
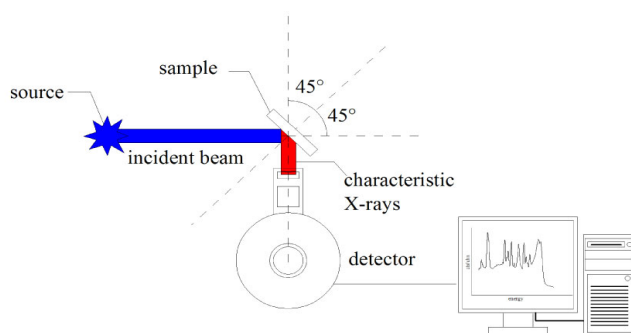
65-rasm. Rentgen nurlari ta'sirida hosil boladigan flyuores-centsiya hodisasi.

9.3. Moddalarni tezkor element tahlili.

EDXRF energiya dispersion rentgen- flyuorescent spektrometriyada foton energiyasi to'g'ridan-to'g'ri mos keladigan detektor bilan o'lchanadi, u fotonlarni energiya tufayli tanlaydi, ularni to'g'ridan-to'g'ri hisoblaydi va natijani ko'p kanalli xotirada saqlaydi.

Natijada y o'qi boylab intensivligi va x o'qi boylab energiyasi bo'lgan spektr chiziqlari paydo bo'ladi. Usulda aniqlanadigan elementlarning doirasi cheklangan.

EDXRF usulida engil elementlardan Be ($Z = 4$) va yuqori atom raqami Z tomonida U ($Z = 92$) oralig'ida lementlarni aniqlash uchun foydalanishi mumkin. Ikkala turdagi WDXRF yoki EDXRF standart spektrometrlari bilan aniqlanishi mumkin bo'lgan kontsentratsiyalar mg / g dan og'irlik foizigacha yotadi va shu bilan keng diapazonga ega. Usul printsiptan kelib chiqqan holda XRF ko'p elementli analitik usul bo'lib, xususan, **ED-XRF bilan namunada mavjud bo'lgan barcha aniqlanadigan elementlarni bir vaqtning o'zida tezkor va aniq aniqlash mumkin (66-rasm)⁵.**



⁵ Video: <https://www.youtube.com/watch?v=aO0-Npdph5o>

66-rasm. EDXRF energiya dispersion rentgen- flyuorescent spektrometr ishlash tartibi va namunaning spektr natijalari.

9.4. Usul apparatlari, tuzilishi va qo'llanilish imkoniyatlari.

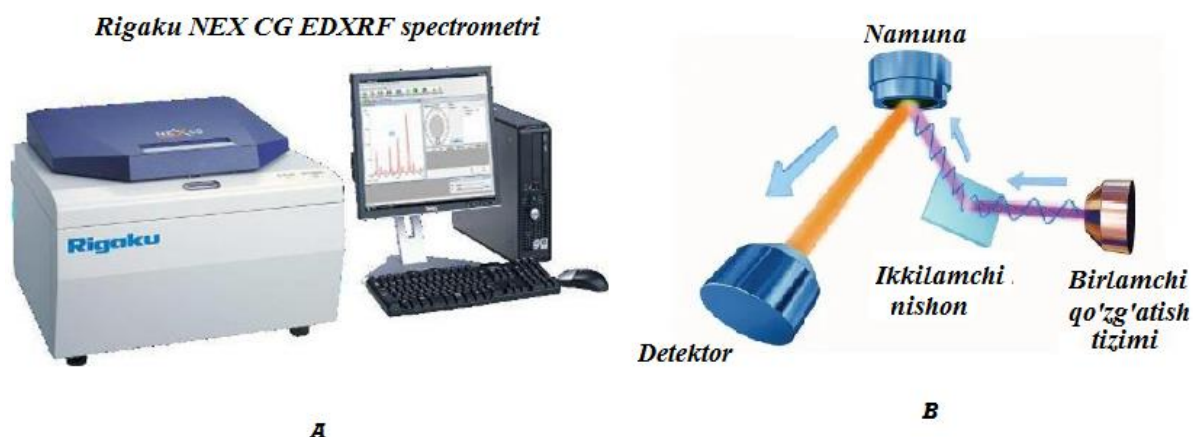
Rigaku NEX CG markali EDXRF energiya dispersion rentgen-flyuorescent spektrometri kichik kushlanish 50W da ishlaydi va namunalarni buzilishsiz taxlil qilishga imkon beradi⁶. Ikkilamchi nishonlar va qutblanish, shuningdek, begona fon tarqaladigan rentgen nurlarining ko'pini yo'qotish orqali tahlilni osonlashtiradi.

Rigaku NEX CG EDXRF energiya dispersion rentgen- flyuorescent spektrometrining (67-rasm) ish parametrlari quyidagicha:

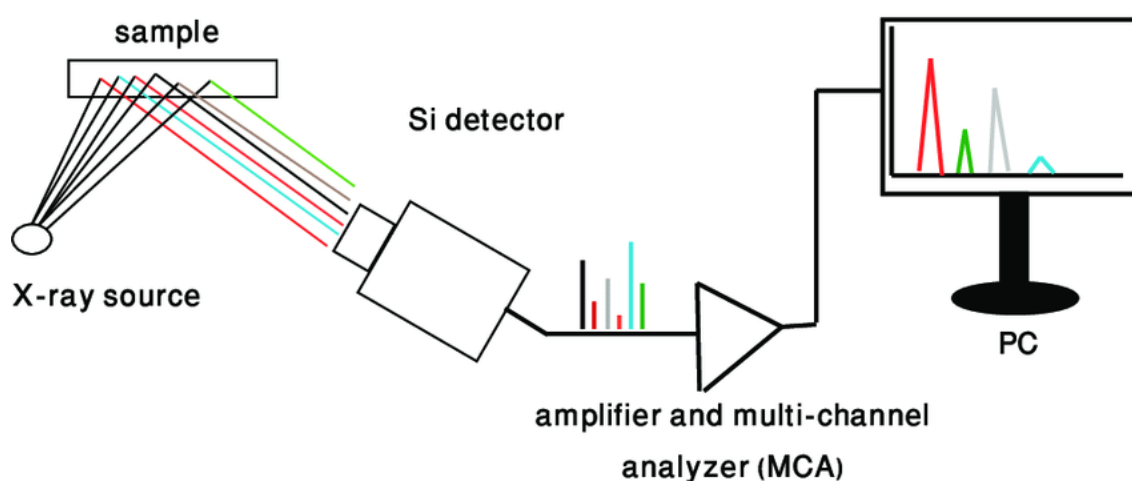
Spektrometr modeli		: Rigaku NEX CG
X-ray trubka	:	50 W Pd-anodli
Qozg'atish tizimi	:	Polarizatsiya bilan bilvosita
Detector	:	Yuqori samarali SDD
Analiz vaqti	:	500 sec
Tahlil qilish muhiti	:	Tozalangan Geliy
Namuna solish tizimi	:	15-ta positsiyali namuna solish tizimi (32mm)
Qo'shimcha	:	Teflonli namuna solish uchun idishlar

An'anaviy EDXRF tizimlaridan farqli o'laroq, bilvosita qo'zg'alish deyarli barcha fon shovqinlarini yo'q qiladi va shu bilan spektrlarni juda yuqori xarakterli signal-shovqin nisbati bilan ta'minlaydi. Bu yuqori aniqlik darajasini va pastroq aniqlash chegaralarini osonlashtiradi. Ikkilamchi nishon sxemasi 67-B-rasmda tasvirlangan.

⁶https://www.researchgate.net/publication/282662981_EDXRF_ANALYSIS_OF_SCULPTURES_ON_POLY-CHROME_WOOD



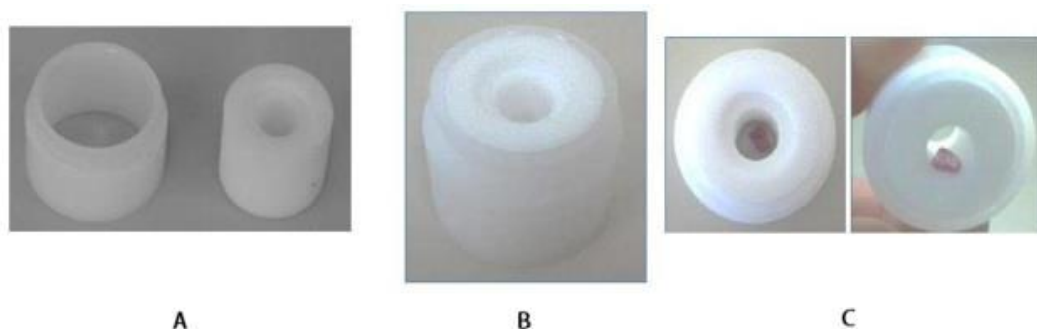
67-rasm. Rigaku NEX CG EDXRF energiya dispersion rentgen- flyuorescent spektrometri (A) va ikkilamchi nishon sxemasi (B).



68-rasm. Rigaku NEX CG EDXRF energiya dispersion rentgen- flyuorescent spektrometri ishlash tartibi.

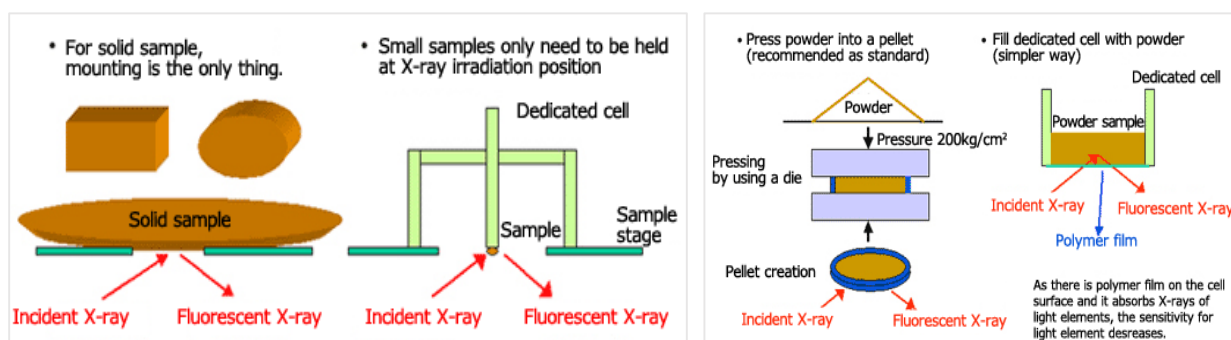
Namuna tayyorlash

Har bir namuna kichik plastik XRF namuna uchun stakanga joylashtirish uchun maxsus teflon qo'shimchadan foydalaniladi (69-rasm). O'rganilayotgan namunani markazlashtirishdan tashqari, o'rnatish begona lyuminescentiyani ta'minlamaydi. Namunalarga maxsus tayyorlov ishlov berilmaydi va hech qanday reagentlar ta'sir qilmaydi.



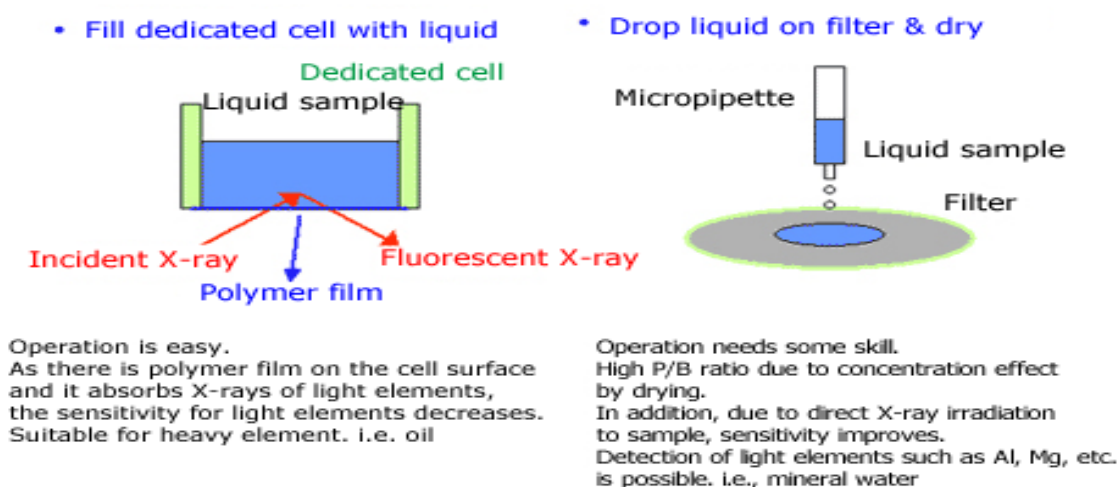
69-rasm. Plyonkali pastki va alohida teflon qo'shimchali namuna uchun stakan (A); Teflon qo'shimchali namunali stakan, o'lchash uchun namuna kosasining ichiga joylashtirilgan (B); O'rnatilgan namunaning yuqori va pastki qismidan stakanga tahlil uchun tayyor holda (C).

EDXRF usulida qattiq (katta namunalar, tabletkalar), suyuq moddalar, yupqa metall plenkarni element taxlili qilish imkoniyatlari mavjud (70-71-rasm).



70-rasm. Qattiq namunalarni tahlil qilish uchun joylashtirish: katta o'lchamli namina (A) va kukunlar (B)

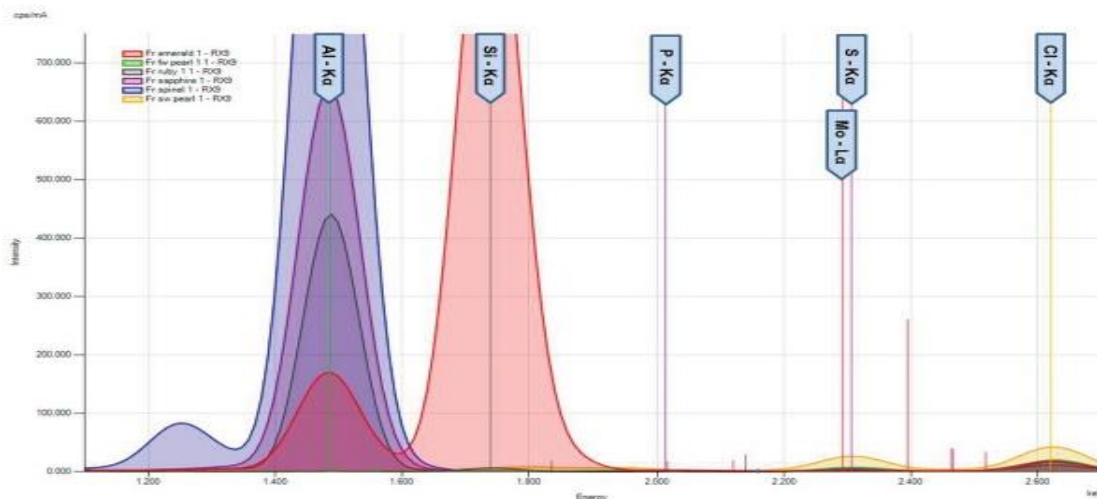
(<https://www.jeol.co.jp/en/science/sx.html>)



71-rasm. Suyuq namunalarni tahlil qilish
(<https://www.jeol.co.jp/en/science/sx.html>)

EDXRF energiya dispersion rentgen- flyuorescent spektrometrda olingan natijalar. Keyslar.

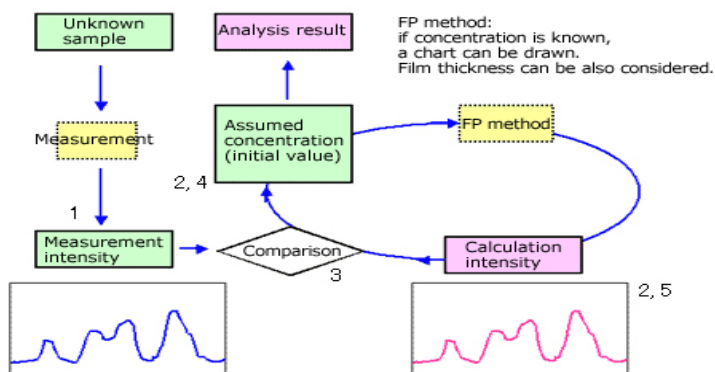
EDXRF usulida olingan spektrlar sifat tahlilning illyustratsiyasi sifatida qo'llaniladi va quyidagi natijalarni beradi (72-rasm):



72-rasm. Al-Si namunaning EDXRF spektri.

FP (fundamental parametr) uslubi

FP (fundamental parametr) uslubidan foydalanib namunani aniq miqdoriy tahlil qilish imkoniyati mavjud (73-rasm). EDXRF vositasida FP miqdoriy usuli deb nomlangan nazariy hisoblash usuli qo'llaniladi, bu noma'lum namunani standart etalonlarsiz miqdoriy tahlil qilishga imkon beradi. FP miqdoriy usuli namuna bir xil, etarlicha katta va qalin, barcha elementlar (jami 100%) miqdoriy olchash mumkin deb taxmin qiladi.



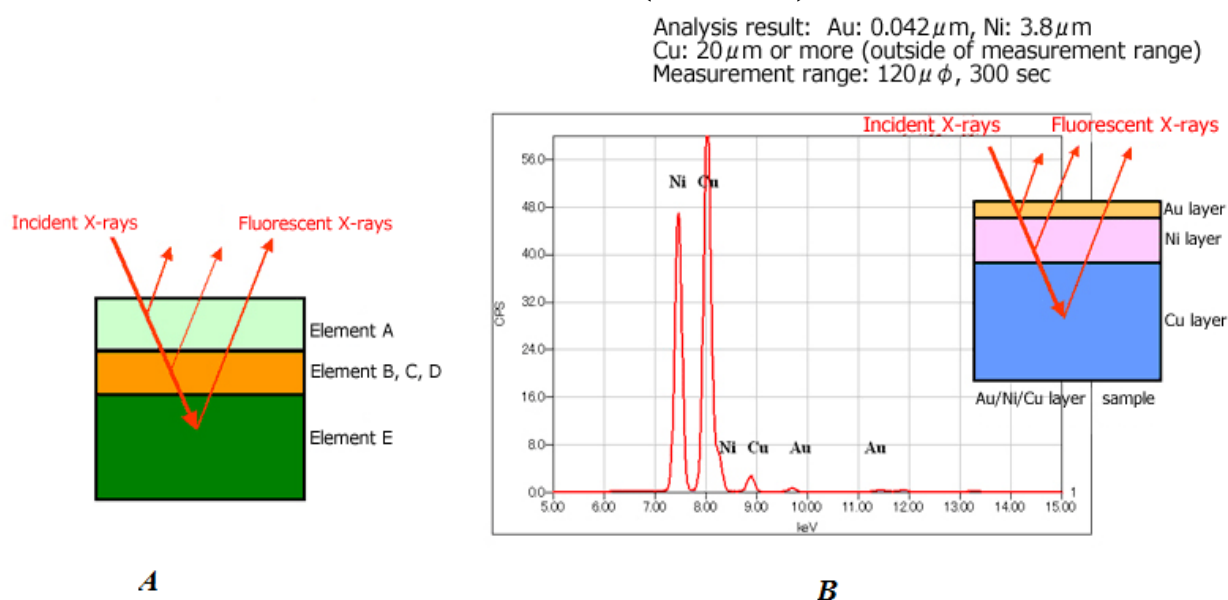
73-rasm. FP (fundamental parametr) uslubidan foydalanib namunani

EDXRF aniq miqdoriy tahlil qilish sxemasi.

Yupqa plenkalarni EDXRF FP usulida tahlil qilish.

Yupqa metall plyonkaning qalinligi va tarkibini bir vaqtning o'zida buzilmaydigan tahlil qilish imkoniyтини EDXRF FP usulida amalga oshirish mumkin⁷:

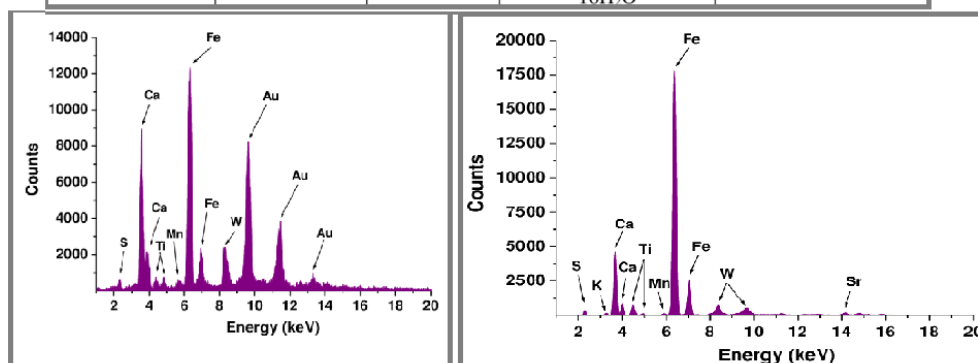
- ✓ 5 tagacha qatlam va har bir qatlam uchun 20 tagacha element aniqlash imkoniyati;
- ✓ plyonkani qalinligi taxminan 10nm dan 10mm gacha (elementga qarab farq qiladi);
- ✓ standart namuna shart emas (nazariy hisoblash – FP usuli);
- ✓ qatlamning tartibi, elementlari va plyonkaning zichligi haqida dastlabki ma'lumot kerak bo'ladi (74-rasm).



74-rasm. Yupqa plenkalarni EDXRF usulida tahlil qilish: qatlamning tartibi, elementlari va plyonkaning zichligi haqida dastlabki ma'lumot zarur (A); Au/Ni/Cu yupqa plyonkani EDXRF spektr taxlili – Au 0,042 mk, Ni 3,8 mk, Cu 20 mk va undan yuqori qalinligi aniqlandi.

⁷ Büyükyıldız, Mehmet & Boydaş, E. & Kurudirek, Murat & Oz Orhan, Elif. (2017). Quantitative X-ray analysis for Cr-Fe binary ferroalloys by using EDXRF-WDXRF techniques. Instruments and Experimental Techniques. 2017. 60. 584-588. 10.1134/S0020441217040121.

PIGMENTS	ELEMENTS	COLOR	COMPOSITION	PERIOD OF USE
Lead White	Pb	white	$2\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb(OH)}_2$	Antiquity/XX century
Lithopone	S, Zn, Ba	white	$\text{BaSO}_4 \cdot \text{ZnS}$	1874/Still in use
Vermilion	S, Hg	red	HgS	Antiquity/XIX century
Red ochre	Fe	red	Fe_2O_3	Prehistory/Still in use
Brown ochre	Fe	brown	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Prehistory/Still in use
Umber	Fe, Mn	brown	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{MnO}_2$	Prehistory/Still in use
Bone black	Ca	black	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 + \text{C} + \text{MgSO}_4$	Prehistory/Still in use
Prussian blue	Fe	blue	$\text{Fe}_4[\text{Fe(CN)}_6]_3 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$	1704/Still in use



75-rasm. EDXRF usulida qadimiy pigmentlar tarkibini aniqlash⁸.

EDXRF spektrometriyasining afzalliklari va qo'llanilish soxalari

- ✓ Qurilmaning kichik ixcham dizayni
- ✓ Minimal texnik xizmat
- ✓ Suv, siqilgan havo yoki gazlardan foydalanishni talab qilmaydi
- ✓ Kam quvvat sarfi
- ✓ Tizimning aniqligi yuqori
- ✓ Bir vaqtning o'zida element tahlili tezkor va aniq bajarilish imkoniyati (75-rasm);
- ✓ Sement ishlab chiqarishda ishlab chiqarish va qayta ishlashning butun tsikli davomida tsement materialining oksidli tarkibi ishonchli tarzda nazorat qilinishi kerak, bu jarayonni optimal boshqarish, sementning fizik xususiyatlari va rentabelligini ta'minlashdir. EDXRF spektrometrlari klinker va xom ashyo materiallarini tarkibini aniqlash; sement tarkibidagi gipsni (SO_3) o'lchash uchun ishlatilishi mumkin;

⁸ Calza, Cristiane & Freitas, Renato & Lopes, Ricardo & Felix, Valter. (2015). EDXRF ANALYSIS OF SCULPTURES ON POLYCHROME WOOD. https://www.researchgate.net/figure/XRF-spectrum-of-gilding_fig4_282662981

- ✓ EDXRF ning odatiy qo'llanilishi tarkibiga neft moylari va yoqilg'i, plastmassa, kauchuk va to'qimachilik mahsulotlarini, farmatsevtika mahsulotlarini, oziq-ovqat mahsulotlarini, kosmetika mahsulotlarini, o'g'it, geologik materiallar, qazib olinadigan hom ashyo, shlaklar va chiqindilar; tsement, issiqlikka bardoshli materiallar, shisha, keramika, katalizatorlar, qog'oz, plyonka, poliesterde qoplamalarni aniqlash; metall va qotishmalar, shisha va plastmassa; sud ekspertizasi; kremniy plyonkalar, fotovoltaiklar va aylanma saqlash vositalarida ko'p qatlamli yupqa plyonkalar, shuningdek qattiq chiqindilar, chiqindi suvlar, tozalovchi suyuqliklar, hovuzlar va filtrlarning ifloslanishini kuzatish mumkin. Bundan tashqari, xom neft va dengiz bunker yoqilg'isidagi oltingugurt (S) o'lchash uchun rentgen nurlari uzatish (XRT) texnologik ko'rsatkichlari qo'llaniladi.
- ✓ XRF va EDXRF spektrometrlari induktiv ravishda bog'langan plazma optik emissiya spektroskopiyasi (ICP-OES) va atom adsorbsion (AAS) kabi boshqa texnologiyalarga qaraganda kichikroq, dizayni sodda va ishlash uchun arzon bo'lganligi sababli ko'plab dasturlar uchun elementar tahlil vositasi hisoblanadi.
- ✓ EDXRF usulining qo'llanilish soxalari: sement va xom ashyo tarkibida elementlarni aniqlash: oltingugurt, temir, kaltsiy, kremniy, alyuminiy, magniy va boshqalar; Kaolinda: titan, temir, alyuminiy, kremniy va boshqalar; Katalizatorlar: paladium, platina, rodiy, ruteniy va boshqalar; Ruda tarkibida: mis, qalay, oltin, kumush va boshqalar; sement va ohak moddalarda: kuldagi oltingugurt miqdorini aniqlash.
- ✓ EDXRF usulining qo'llanilish soxalari: Benzin, dizel va RFG tarkibida: oltingugurt, marganets, qo'rg'oshin va boshqalar; Qoldiq gaz moylari: oltingugurt, xlor, vanadiy, nikel va boshqalar; Ikkilamchi yog'larda: xlor va boshqalar; Kerosin, nafta tarkibida: oltingugurt va boshqalar; Xom neft va bunker yoqilg'ilari: oltingugurt, vanadiy, nikel va boshqalar; Qoplash va tozalashdan oldin vannalar: oltin, mis, rodyum, platina, nikel, sulfatlar, fosfatlar, xloridlar va boshqalar; Sirka kislotasida: magniy, kobalt va brom; Tereftalat kislota (TPA): kobalt,

marganets, temir va boshqalar; Dimetil tereftalat (DMT): og'ir metallar; PVX kopolimer eritmalari: xlor; Fotografik emulsiya: kumush; Gillarda: metallar va nometallar; Chiqindilar va chiqindi suv oqimlari: RCRA metallari, xloridlar, fosfatlar va boshqalar.

- ✓ EDXRF va XRF atom elementlarini miqdorini aniqlash uchun ishlatiladi: Oziq-ovqat, uy hayvonlari uchun oziq-ovqat va hayvonlarning boshqa ozuqalarida: kaliy, fosfor va xlorini miqdorini anoqlash; Kosmetika maxsulotlarida: rux, titan, kaltsiy, marganets, temir, kremniy, fosfor, oltingugurt, alyuminiy va natriy; Yog'ochga ishlov berish: CCA, Penta, ACQ, ACZA, fosfora asoslangan yong'inga qarshi, mis naftanat, sink naftanat, TBTO, IPBC va ularning kombinatsiyalari; Antatsidlar: kaltsiy; tish pastalarida: fosfor va qalay miqdorini aniqlash va b. soxalar.

Mavzu bo'yicha savollar:

1. Rentgen nuri qachon va kim tomonidan kashf etilgan?
2. «Qattiq» va «yumshoq» rentgen nurlari deb qanday to'liq uzunligiga ega bo'lgan nurlarga aytiladi?
3. Ota-bola Bregglar tomonidan taqdim qilingan rentgen nuri difrakstiyasiga oid formulasiga izox bering.
4. Rentgen nuri yordamida bajariladigan rentgenologik tekshirish usullarini sanab bering.
5. Rentgen trubkasi rentgenografik apparatlarda qanday rolni bajaradi, ular konstruktiv qanday detallardan tashkil topgan?
6. “Rentgenografik tahlil” va “Infraqizil spektroskopik tahlil” tushunchalarining o'xshashlik va farqli belgilarini Venna diagrammasi yordamida tushuntirib bering.

Mavzu boyicha testlar

1. **Laue, Vulf va Bregglar qanday fizik-kimyoviy usulni rivojlanishiga o'z xissasini qo'shgan?**
 - A. Rentgenografik taxlil.
 - B. Termik taxlil.
 - C. IQ spektroskopik taxlil.
 - D. Spektral taxlil.
 - E. Mikroskopik taxlil.
2. **Rentgen nurlari qachon va kim tarafidan kashf yetilgan:**

- A. 1995 yil – V. Rentgen tarafidan.
- B. 1780 yil – V. Rentgen tarafidan.
- C. 1895 yil – V. Rentgen tarafidan.
- D. 1895 yil – G. Vulf va ota-bola Bregglar tarafidan.
- E. 1780 yil – Ioffe tarafidan.

3. Rentgen trubkasi rentgenografik apparatlarda qanday rolni bajaradi?

- A. Rentgen nurlarni yaratuvchi asbob.
- B. Infraqizil nurlarni yaratuvchi asbob.
- C. Diffraktogrammalarni chizib beruvchi asbob.
- D. Rentgen nurlarni sekinlashtiruvchi asbob.
- E. Nurlarni to‘g‘irlovchi asbob.

4. Rentgen nurlarining to‘lqin uzunliklari:

- A. 0,76 mikron - 1000 mikron.
- B. 0,40 mikron - 0,76 mikron.
- C. 0,01-0,000005 mk
- D. 1000 dan 2000 mikron gacha.
- E. 1-10 mikron.

5. Rentgenografik taxlilning asosiy formulasi –Vulf- Bregg tenglamasi:

- A. Rentgen nurlanishning intensivligini aniqlashga imkoniyat beradi.
- B. To‘lqin uzunligi bilan nurning sinish burchagi ko‘paytirmasiga teng.
- C. To‘lqin intensivligini hisoblashga imkoniyat beradi.
- D. Rentgen nurini sinish burchagini aniqlashga imkoniyat beradi.
- E. To‘lqin uzunligi bilan tekisliklararo masofa va nurning tushish burchagini sinusi orasidagi bog‘liqligini ko‘rsatadi.

6. Diffraksion rentgenografik taxlil:

- A. Qattiq moddalarning strukturasini va fazoviy tarkibini o‘rganishga imkon beradi.
- B. Suyuq moddalarning atom tuzilishini o‘rganishga imkon beradi.
- C. Qattiq va suyuq moddalarning molekulyar tuzilishini o‘rganishga imkon beradi.
- D. Amorf moddalarning tuzilishini o‘rganishga imkon beradi.

E. Amorf moddalarning konsentratsiyasini o'rganishga imkon beradi.

7. Rentgen nuri qanday sharoitda paydo bo'ladi?

- A. O'ta past xaroratlarda anod yuzasida paydo bo'ladi.
- B. Yuqori harorat ta'sirida mis plastinkasida.
- C. Yuqori tezlikga ega elektronlar oqimini anod plastinkasiga urilishi natijasida.
- D. Katodni qizdirish natijasida.
- E. Yuqori harorat ta'sirida volfram spiralida.

8. Rentgen trubkaning tuzilishi:

- A. Shisha trubka, qizdirish va sovutish sistemasi.
- B. Shisha trubka, katod, okulyar sovutish sistemasi.
- C. Katod, anod, polyarizator sovutish sistemasi.
- D. Shisha trubka, katod, anod, sovutish sistemasi.
- E. Metall trubka, sovutish va isitish tizimi.

9. Nima uchun rentgen trubkada vakuum hosil qilinadi:

- A. Elektronlarni tusiqlarsiz xarakatini ta'minlash uchun.
- B. Elektronlarni yuqori haroratini ta'minlash uchun.
- C. Elektronlar oqimini yaratish uchun.
- D. Trubkani tezroq sovutish uchun.
- E. Rentgen nurlari tezligini sekinlashtirish uchun.

10. Difraktogrammadan aniqlanadigan asosiy ko'rsatkichlar:

- A. Moddalarning optik zichligi.
- B. Moddalardagi kristallarni tuzilishi va o'lchamlari.
- C. Moddalarning nur sindirish ko'rsatkichlari.
- D. Kristall moddalarning tekisliklararo masofasi va chiziqlarning intensivligi.
- E. Moddalarning solishtirma og'irligini.

11. Tibbiyotda qo'llaniladigan asosiy rentgenografik usullar:

- A. Derivatografiya, rentgenoskopiya, rentgenografiya.
- B. Rentgenoskopiya, rentgenografiya, flyuorografiya.
- C. Rentgenografiya va tenzimetriya.
- D. Rentgenoskopiya, rentgenografiya, difraktografiya.
- E. Differensial termik taxlil, polyarografik taxlil.

12. Rentgenografik taxlil apparatlari:

- A. Difraktometr DRON.

- B. Derivatograf Paulik-Paulik-Yerdey.
 - C. Dilatometr.
 - D. Tenzimetr.
 - E. Polyarograf
- 13. Rentgen trubkasining katodida sodir bo'ladigan jarayon:**
- A. Elektronlar oqimi vakuumli trubka ichida tezlik bilan xarakat qiladi.
 - B. Yuqori haroratda volfram spiralidan elektronlar ajraladi.
 - C. Mis yoki kobalt plastinkada rentgen nurlari hosil bo'ladi.
 - D. Katod qizib ketmasligi uchun doimo sovutilib turadi.
 - E. Katodda kimyoviy jarayon sodir bo'ladi va u parchalanadi.
- 14. Rentgen trubkasida elektronlar oqimini kinetik issiqligining qancha miqdori rentgen nurlariga aylanadi?**
- A. 1%
 - B. 10%
 - C. 100%
 - D. 25%
 - E. 50%
- 15. Nima uchun rentgen trubkasida sovutish tizimi joylashtirilgan?**
- A. Metall korpusni sovutish uchun.
 - B. Volframli katodni sovutish uchun.
 - C. Rentgen nurini sovutish uchun.
 - D. Tok transformatorlarini sovutish uchun.
 - E. Antikatod, ya'ni anodni sovutish uchun.
- 16. Rentgen nurlarining tirik organizmga ta'siri:**
- A. Rentgen nurlari tirik organizmga ta'sir yetmaydi.
 - B. Qon tarkibi o'zgaradi va ichki organlar shikastlanadi
 - C. Rentgen nurlari tirik organizmga ta'siri xavfli hisoblanmaydi
 - D. Rentgen nurlari tirik organizmga salbiy ta'sir ko'rsatmaydi.
 - E. Rentgen nurlari o'ta o'tib ketish qobiliyatga ega emas va noorganik moddalar bilan to'liq yutiladi.
- 17. Rentgen spektrini taxlil qilishda qanday tenglama ishlatiladi?**
- A. Nyuton tenglamasi .
 - B. Paulik tenglamasi.
 - C. Vulf-Bregg tenglamasi.

- D. Enshteyn tenglamasi.
 - E. Plank tenglamasi.
- 18. Rentgen nurlarining rux va kadmiy sulfatiga ta'siri qanday?**
- A. Rux va kadmiy sulfati reaksiyaga kirishadi.
 - B. Rux va kadmiy sulfati parchalanadi.
 - C. Rux va kadmiy sulfatiga rentgen nurlari ta'sir etmaydi.
 - D. Rux va kadmiy sulfati rentgen nurlarini yutadi.
 - E. Rux va kadmiy sulfati nurlanadi (fluoressensiya hodisasi).
- 19. Rentgen nuri paydo bo'ladigan diffraktometrning qismi qanday nom bilan ataladi?**
- A. Rentgen trubka.
 - B. Ossillyator.
 - C. Polyarograf.
 - D. Potensiometr.
 - E. Transformator.
- 20. Rentgenografik taxlildan foydalanish imkoniyatlari qanday?**
- A. Amorf moddaning tuzilmasini aniqlash.
 - B. Moddalarning fazaviy tarkibini, kristallar o'lchamlarini aniqlash.
 - C. Moddalardagi guruhlarni koordinatsion sonini aniqlash.
 - D. Shisha materiallardagi guruhlarni tuzilishini o'rganish.
 - E. Moddalarning spektrlarini o'rganish imkoniyatlari.

III BOB. TERMOGRAFIYA TAHLIL USULLARI.

10-§. Termografiya usullari. Termografiya usulining fizik asoslari.

10.1. Termografiya usuli tabiati va rivojlanish tarixi.

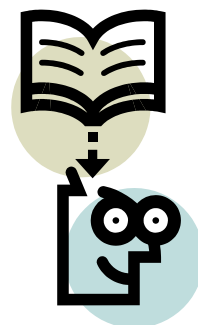
Birinchi marotaba qizdirish egriliklari fransuz olimi Le-Shatel'e tomonidan 1887 yilda olingan, u temperaturani platina - platina-rodli termoparlarda o'lchash orqali termografik egri chiziqlarni hosil qilish mumkinligini ko'rsatdi.

Uzoq yillar davomida tadqiqotchilar qizdirish egriligini vaqt va temperatura bog'liqligini koordinata chizig'ida qayd etganlar. Biroq kichik effektlarni bu egriliklarda topish qiyin. 1899 yilda **Roberts-Ostin** differentsial termopara qo'lladi, bu termoparalar kichik miqdordagi issiqlikga o'ta sezuvchandir.

1904 yilda fransuz muxandisi **Saladin Le-Shatel'e** bilan birgalikda koordinatada termik egriliklarni oluvchi apparat yaratadilar.

Differentsial-termik tahlil apparatiga quyidagi ikki faktor asos qilib olindi:

- 1) Etalon va namuna temperaturasi farqi;
- 2) Namuna temperaturasi.



Bu usulni yanada rivojlantirishga rus olimlari harakat qildilar. Rossiyada termik tahlil asoschisi N.S. Kurnakov bo'lib, u 1904 yilda hozirgi kunda xam termik tahlil uskunalarida qo'llanilayotgan pirometrni yaratdi.

MDX davlatlarida ilmiy-tadqiqot ishlarini rivojlanishi natijasida sistemalarni fizik-kimyoviy va minerologik tarkiblarini o'rganish bo'yicha qizdirish egriliklari usulidan silikatlar, ruda tuzlari va qotishmalarni o'rganish uchun foydalandilar.

Termik tahlildagi differentsial yozuvlarni kiritilishi usulni sezuvchanligini yanada orttirdi. Ikki turdagi termik tahlil-differentsial va oddiy egriliklar yozila boshladi. Qizdirish egriliklarini yozish uchun uskunaga ikkita o'ta sezuvchan ko'zguli galvanometr o'rnatilgan. 1943

yilda F.V. Siromyatnikov tajriba vaqtida differentsial qizdirish egriligiga temperatura shkalalarini surtish (tushirish) usulini taklif qilganidan so'ng, termik tahlil uchun apparatga ikkinchi ko'zguli galvanometri ulanishi va oddiy qizdirish egriligini yozishni xojati bo'lmay qoldi. Yangi funktsiyalar bilan termik tahlil fizik-kimyoviy tahlil ramkasini yana kengaytirdi. 1939 yilda I.V. Tanaev termik tahlilni termografiya deb atashni taklif etdi.

Termografiya deganda tekshirilayotgan moddaning hossalari harorat ta'sirida o'zgarishini o'rganish va uzluksiz qayd etish tushuniladi.

Usulning fizik mohiyati: fizik va kimyoviy jarayonlarning katta qismi issiqlikni ajralishi yoki yutilishi bilan boradi. Ba'zi bir jarayonlar to'g'ri va qaytar yo'nalishida, ba'zilar esa faqat bir yo'nalishda sodir bo'ladi.

Qaytar jarayonlarga erish-kristallanish, qaynash-kondensatsiya, polimorf o'zgarishlar, murakkab birikmalarning xosil bo'lishi va parchalanishi, dissotsiatsiya jarayonlari ta'luqli.

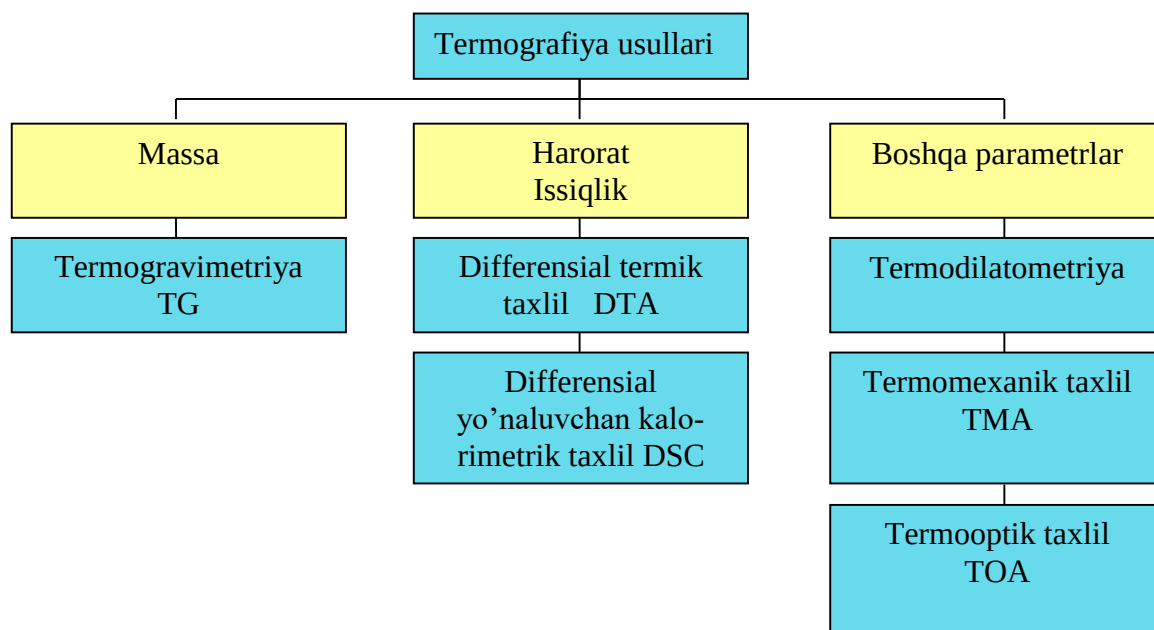
Qaytmas jarayonlarga beqaror xolatdan yuqori barqaror xolatga o'tish reaksiyalari, qattiq eritmalarining parchalanishi, amorf holatdan kristall holatga o'tish, o'zaro ta'sir reaksiyalari, monotrop o'zgarish va boshqalar.

Hamma jarayonlar issiqlikni yutilishi yoki ajralishi bilan boradi, buni haroratni o'lchash yo'li bilan o'rganish mumkin. Jarayonni borishini o'lchovchi priborlar yordamida qayd etiladi. Tajriba natijalarini egri chiziqlar orqali ifodalash mumkin, bunda vaqt va haroratni bog'liqligi ifodalanadi. Agar tekshirilayotgan moddada birorta fazoviy o'zgarish yoki kimyoviy reaksiya sodir bo'lsa, qizdirish rejimi buziladi. Uning buzilishi qizdirish egriklarida yoki maydonda paydo bo'lish birga boradi.

Termografiya noorganik moddalar, silikat va qiyin eriydigan nometall materiallarni qizdirish (yoki sovutish) jarayonida hossalarda sodir bo'ladigan o'zgarishlarni tahlil qilish fani. Ular odatda issiqlik effektlari bilan bog'liq bo'ladi. Termografiya usullari 9-jadvalda keltirilgan.

9- jadval. Asosiy termografiya usullari.

Usulni nomi	Qisqa nomi	Usulda o'lchanadigan hossa
Termik analiz	TA	Harorat
Termogravimetriya	TG va DTG	Og'irlik/Namunaning og'irlik o'zgarishi
Differenstial termik analiz	DTA	Bir hil qizdirilgan namuna va etalon haroratlari o'rtasidagi farq
Kompleks termik analiz	KTA	1) DTA egrikleri; 2)og'irlikni o'zga-rishi egriligi; 3) xajmi o'zgarishi egriligi; 4) elektrqarshilik egriligi.
Derivatografiya	DTG, DTA	Og'irlik/Namunaning og'irlik o'zgarishi/haroratlari differensial
Termik dilatometriya		Namunaning yuklanmagan holatda harorat bilan bog'liq o'lchamlarini o'zgarishi
Tenzimetriya		Mineralni qizdirish jarayonida tarkibda bor bo'lgan uchuvchan komponentlarining qayishqoqligini qayd etish
Gazovolyumetriya	EGA	Gaz hajmi
Differenstial yo'naluvchan kalorimetrik analiz	DSC	Entalpiya o'zgarishi tezligi
Termo-mexanik analiz	TMA	Elastik hossalarni tebranmaydigan yuk ostida o'zgarishi
Dinamik mexanik analiz	DMA	Elastik hossalarni tebranadigan yuk ostida o'zgarishi
Termo optometriya	TOA	Optik hossalarni o'zgarishi
Termomagnetometriya		Magnit hossalarni o'zgarishi
Termo akustikmetriya		Akustik signal o'zgarishi



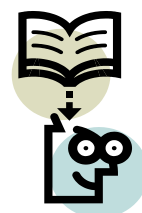
76-rasm. Termik tahlil usullarini tasniflanishi.

Quyida temperatura o'zgarishiga asoslangan termik analiz turi, temperatura o'zgarishiga bog'liq fizik parametr va bu o'zgaruvchan parametрни qayd etuvchi asbob sxematik ravishda qayd etiladi (64-rasm): termik analiz (TA) → entalpiya → kalorimetrlar; differensial termik analiz (DTA) → namuna va etalon o'rtasidagi temperaturalar farqi → DTA apparatlari; termogravimetrik analiz → massa → termotorozlar; Differensial yo'naluvchan kalorimetrik analiz → namunaga o'tkazilgan issiqlik → differensial kalorimetr; solishtirma issiqlik sig'imi o'zgarishi analizi va boshqalar (76-rasm).

10.2. Termik tahlil (TA)

Sistemaning harorati o'zgarishi mavjud fazalarni asta-sekin miqdori o'zgarishida biror fazaning yo'qolib ketishi yoki yangi fazaning paydo bo'lishiga olib keladi. Moddaning temperaturasi vaqt davomida o'zgarishi egri chiziq shaklida namoyon bo'ladi - bu egri chiziq termogramma deb ataladi.

**Termogrammada koordinata o'qlarida
moddaning temperaturasi va obstissa
o'qlarida vaqt qayd etiladi.**



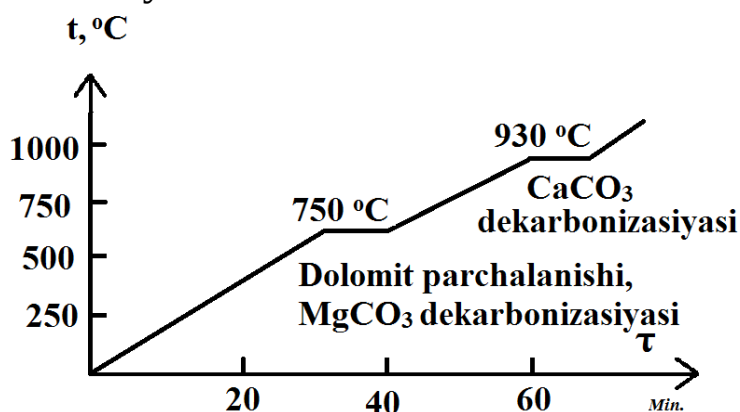
Termik tahlil usullari deyarli barcha zamonaviy fan va texnologiya soxalarida keng qo'llanilib kelmoqda. Termik usullar yordamida moddalardagi turli haroratlarda kristall holati o'zgarishlari, maxsus qizdirish, kengayish kabi hossalari, fizik va kimyoviy o'zgarishlar haqida ma'lumot olish mumkin.

Masalan: Dolomit minerali $\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$ qizdirilganda ikkita termoeffekt kuzatiladi (77-rasm):

I - effekt: $\text{MgCO}_3 - \text{MgO} + \text{CO}_2$ (750 °C)

II - effekt: $\text{CaCO}_3 - \text{CaO} + \text{CO}_2$ (930 °C)

Qizdirish vaqtida fazalar tarkibida o'zgarishlar ro'y berishi va uning boshlanishi aniq nuqtadan boshlanadi. Moddaning qizdirish egriligi bu vaqtda tezlashishi yoki sekinlashishi mumkin.



77-rasm. Dolomit mineralining termik tahlili diagrammasi.

Termik tahlil davomida harorat o'zgarishi ilgari tuzilgan rejim bo'yicha amalga oshiriladi - ba'zida bir hil tezlikda uzluksiz harorat ko'tarilishi yoki pasayishi (chiziqli qizdirish/sovutish), ba'zilar esa har hil haroratda bosqichli ol'chovlar (izotermik bosqichli tahlil) amalga oshiriladi. Ba'zida harorat o'zgarishi murakkab rejimlar (sinusli yoki to'rburchak o'zgarishlar) ostida olib boriladi.

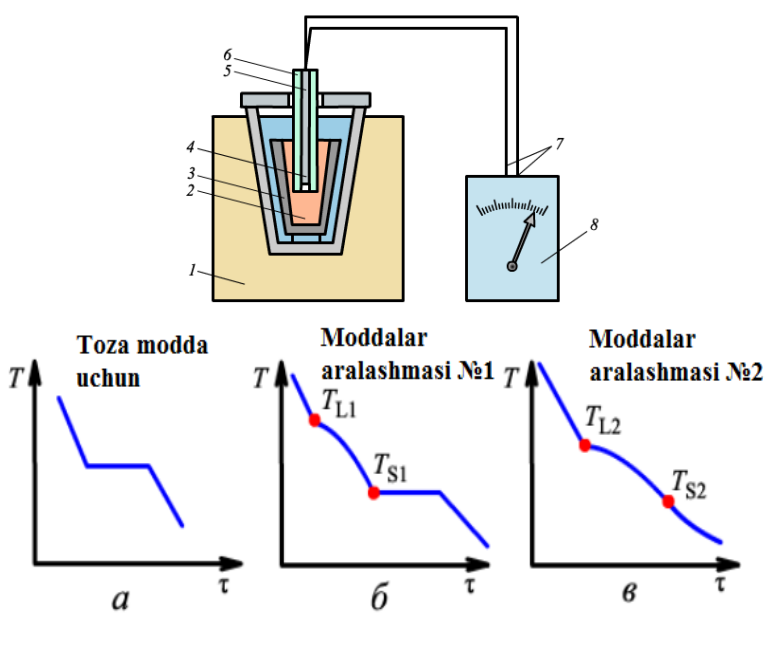
Termik tahlilda haroratni boshqarishdan tashqari o'lchash davomida sistemadagi muhitni (masalan, atmosferani) ham bosqarish muhim hisoblanadi. Termik tahlil kislorodli (havo) muhitida yoki inert gazlar (argon yoki geliy) muhitida olib borilishi mumkin. Bu muhit sistemadagi kimyoviy jarayonlarga keskin ta'sir ko'rsatadi. Ba'zilar qaytaruvchi yoki kimyoviy faol gaz muhitida tahlil bajarilsa, ba'zilar namunalar suvga yoki boshqa suyuqlikga joylashtiriladi. Bu o'rganilayotgan materialning ekspluatatsiya davrida turli hil jarayonlar va muhitlarda harorat o'zgarishi bilan kechadigan o'zgarishlari haqida zarur ma'lumotlarni beradi.

10.3. Sifat termik tahlil.

Sifat termik tahlil eng keng qo'llaniladigan usullardan biri hisoblanadi. Masalan, sistemalarning muvozanat diagrammalarini tuzishda termik tahlil natijalari qo'llaniladi.

Muvozanat diagrammalarining eksperimental qurish uchun sistemada (masalan, ikki modda aralashmasi) har qanday fazaviy o'zgarishlar fizik va mexanik xususiyatlarning o'zgarishi (elektr, magnit va b. hossalari) yoki issiqlik effekti bilan belgilanadi. Qotishmaning suyuqlikdan qattiq holatga o'tishi issiqlikni sezilarli darajada ajralib chiqishi bilan birga kechadi, shuning uchun isitish yoki sovutish paytida haroratni vaqtning funktsiyasi sifatida o'lchash orqali sovutish egri chiziqlarining to'xtalish nuqtalarida fazalardagi o'zgarishlar sodir bo'lgan kritik haroratni aniqlash mumkin. Kichik termal effektlarni aniqlash maqsadida sistemaning qandaydir keskin o'zgaradigan fizik hususiyati (elektrik, magnit) yo'zib boriladi.

Termik tahlil qilish uchun elektr pechdan foydalaniladi (78-rasm, A). Termik tahlil qilishda tigelda (3) moddalar aralashmasi (2) pechga (1) joylashtiriladi va erish haroratigacha qizdiriladi. Eritilgan moddalar aralashmasiga galvanometr bilan bog'langan termopara joylashtiriladi. Pech o'chirilib, moddalar pech bilan birgalikda sekin sovutiladi. Bir hil vaqt oralig'ida galvanometr ko'rsatkichlari yozib olinadi va ushbu ko'rsatkichlar asosida termogrammlar quriladi (78-rasm, B).

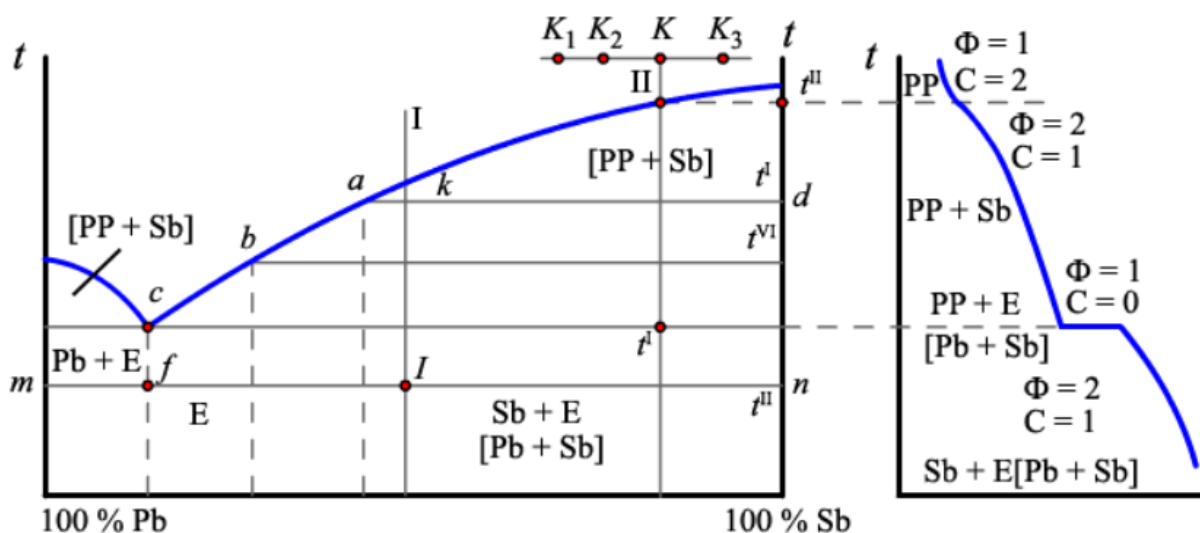


78-rasm. Termik tahlil qilish qurilmasi (A) va termogrammlar (B):

**1- pech, 2- o'rganilayotgan moddalar; 3 - tigel; 4- termo-
paraning issiq qismi; 5- termopara; 6- kopqoq; 7 - termoparaning
sovuq qismi; 8 - galvanometr.**

Qotishmalar, qoida tariqasida, harorat diapazoni ($T_{L1}-T_{S1}$) oralig'ida kristallanadi. Birlamchi kristallanish boshlanishidagi harorat $T_{L1,2,3..}$ ushbu tarkib uchun **likvidus** harorati, suyuqlikning oxirgi tomchilari yo'qolgan harorat $T_{S1,2,3..}$ kristallanish tugashining dalolati bo'lib ushbu tarkib uchun **solidus** harorati deb ataladi.

Olingan termogrammlar asosida o'rganilayotgan moddalar aralashmasining turli tarkiblari uchun sistemaning muvozanat diagrammasi quriladi (79-rasm).



79-rasm. Termogrammlar asosida ikki komponentli sistemaning holat diagrammasi qurish.

10.4. Miqdoriy termik tahlil.

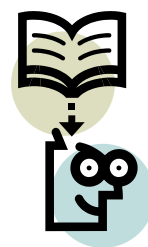
Miqdoriy termik tahlil moddalarning termo-fizik xususiyatlarini (entalpiya, entropiya, issiqlik sig'imi va boshqalar) aniqlash uchun keng qo'llaniladi.

Eng ko'p ishlatiladigan usul bir vaqtning o'zida bir xil termik sharoitda etalon namunasining harorati va sinov moddasining harorat farqi va ma'lumotnomasini yozib olishdan iborat bo'lgan differentsial termik tahlilidir (DTA). Differentsial termik tahlil usuli bo'yicha batafsil ma'lumotlar keyingi bobda keltirilgan.

11- §. Differensial termik tahlil.

11.1. Differensial termik tahlil (DTA) fizik asoslari.

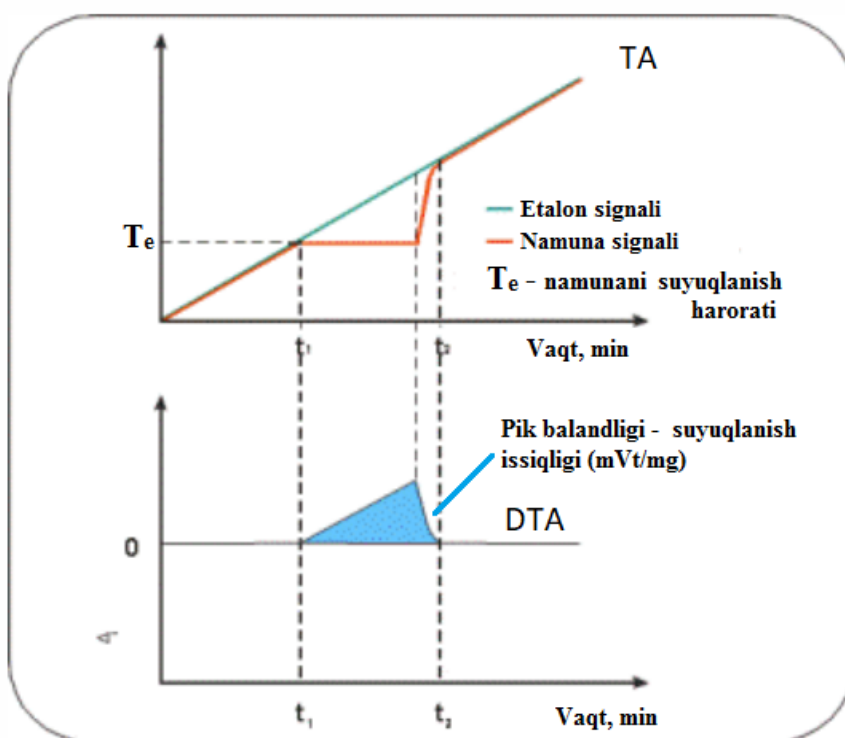
Differensial termik tahlil (DTA) - bu ma'lum bir tezlikda namuna va etalon moddani qizdirish yoki sovutish natijasida hosil bo'lgan termik chiziqlarni, modda va etalon haroratlari o'rtasidagi farqni (differensialni) qayd etishdan iborat tadqiqot usuli.



Usul namunadagi fazaviy o'zgarishlarni kuzatish va ularning parametrlarini o'rganish uchun ishlatiladi. DTA termik tahlilning bir turi hisoblanadi.

Masalan, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ da 2500 gradusgachan qizdirish jarayonida xech qanday fazaviy o'zgarishlar va kimyoviy jarayonlar sodir bo'lmaydi.

DTA tahlilda $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (yoki MgO) solishtirma etalon sifatida ishlatiladi. Bu inert modda ham pechga joylanadi va xuddi tekshirilayotgan namuna qizdirish tezligida qizdiriladi. Haroratning o'zgarishi egriliklarning gorizontalar qismlarida ko'rinadi (80-rasm).



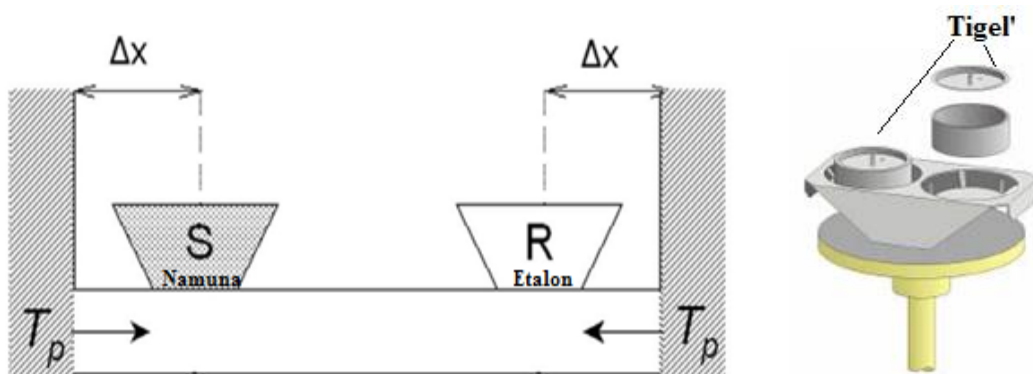
80-rasm. Termik va differensial termik tahlil egrilari.

Harorat o'zgarganda namunada entalpiyaning o'zgarishi bilan kechadigan turli reaksiyalar sodir bo'lishi mumkin: erish, kristall panjara o'zgarishlari, bug'lanish, degidratasiya reaksiyalari, dissotsiatsiya yoki parchalanish, oksidlanish yoki qaytarilish jarayonlari. Bunday

o'zgarishlar issiqlik yutilishi yoki chiqishi bilan birga kechadi, shunda harorat namuna va etalon ichida farq qila boshlaydi. Ushbu usul namunadagi juda kichik harorat o'zgarishlarini yozib olishga imkon beradi. Differentsial termik usulning yuqori sezgirligini kichik vaznli (bir necha mg gacha) namunalarni ham tahlil qilishga imkon beradi.

11.2. Differentsial termik tahlil (DTA) apparatlari, ularning konstruksiyasi va ishlash prinsipi.

81-rasmda differentsial termik tahlilda o'lchov yacheykasi chizmasi keltirilgan. Bunda ikkita yacheykadan - **S** (Sample, namuna) va **R** (Reference, etalon modda) olingan eksperimental signal bir vaqtning o'zida o'lchanadi. Yacheykalar imkon qadar simmetrik tarzda joylashgani sababli, ularga tashqaridan ta'sir etuvchi issiqlik uzatishlar teng ravishda qabul qilinadi, bu esa tahlilga tashqi signallar ta'siri hisobga olinmasa ham bo'ladi degani.



81-rasm. Differentsial termik tahlilda o'lchov yacheykasi chizmasi
(T_p - qizdirish manbai).

Differentsial termik kalorimetrlar konstruksiyasida har doim ikki qavatli o'lchov yacheykalar shakllanadi, bu esa yacheykaga tashqi ta'sirlarning kamaytirishga va sinov namunasini bevosita bog'liq bo'lmagan jarayonlar, issiqlik chiqishi yoki issiqlikni yutilish, "issiqlik oqimlari" va boshqa jarayonlardan himoya qiladi. Demak, DTA uskunasi o'lchov qurilmasi ikkita mutlaqo bir xil o'lchov yacheykaga. Birida o'rganilayotgan namuna (S - namuna), boshqasida esa - taqqoslash uchun etalon modda (R - etalon) joylashtirilgan bo'ladi. Shunda etalon o'rganilayotgan moddaga fizik xususiyatlari bo'yicha (issiqlik o'tkazuvchanligi, issiqlik sig'imi va b. xususiyatlari) iloji

boricha yaqinroq bo'lishi, hamda inert modda bo'lishi maqsadga muvofiq. Ba'zi hollarda tahlil vaqtida taqqoslash yacheykasi bo'sh qoldiriladi.

Etalon yacheykasida $dH / dt = 0$, chunki unda hech qanday jarayonlar sodir bo'lmaydi. Bu holda termik tahlil natijalarida harorat va vaqt bog'liqligi tog'ri proporsional chiziq holida namoyon bo'ladi.

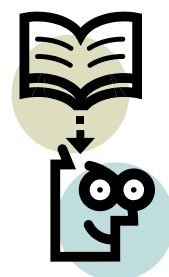
DTA usuli fundamental va amaliy tadqiqotlarni bajarishda muhim o'rin egallaydi.

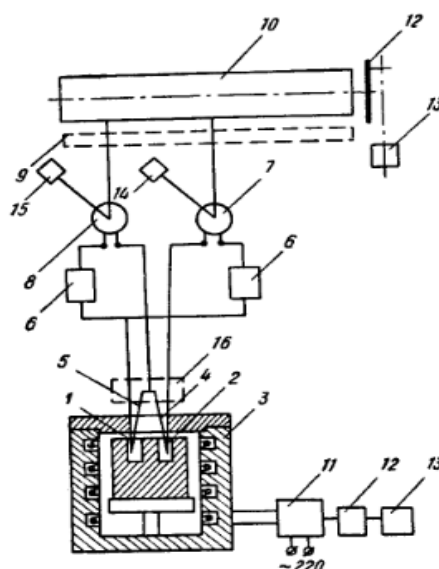
Qizdiralayotgan yoki sovitilayotgan modda temperaturasini galvanometrning ko'rsatgichida yoki avtomatik tarzda yozish mumkin. Qizdirish yoki sovitish egriliklarini avtomatik tarzda yozishda avtomatik qayd etuvchi akad. N.S. Kurnakov sistemasidagi pirometrlar qo'llaniladi (82- rasm).

Kurnakov pirometrlarida termopara ko'zguli galvanometrغا ulanadi, bunda bir me'yor tezlik bilan xarakatlanuvchi barabanga yorug'lik nuri tushadi. Baraban yorug'likni sezuvchan qog'ozga o'ralgan bo'lib, unda avtomatik tarzda termik egriliklar yoziladi. Uzoq vaqt davomida akad. N.S. Kurnakov tomonidan yaratilgan pirometrlar termografiya usulining asosiy asbobi vazifasini o'tadi. Ko'pgina xollarda reakstiyalarning termik effekti juda kichik, shuning uchun unga mos egriliklar kam sezilarli bo'ladi. Bunday xollarda termoparaning sezuvchanligini differentsial sxema qo'llash orqali kattalashtiriladi (82-83- rasm).

Ushbu xolatda differentsial termopara bir vaqtning o'zida ikkita temperaturani o'lchaydi:

- 1) tekshirilayotgan moddaning temperaturasi;**
- 2) temperatura farqi yoki qizdirilayotgan moddaning tekshirilayotgan temperatura intervalida etalon moddaga nisbatan o'zgarishi.**

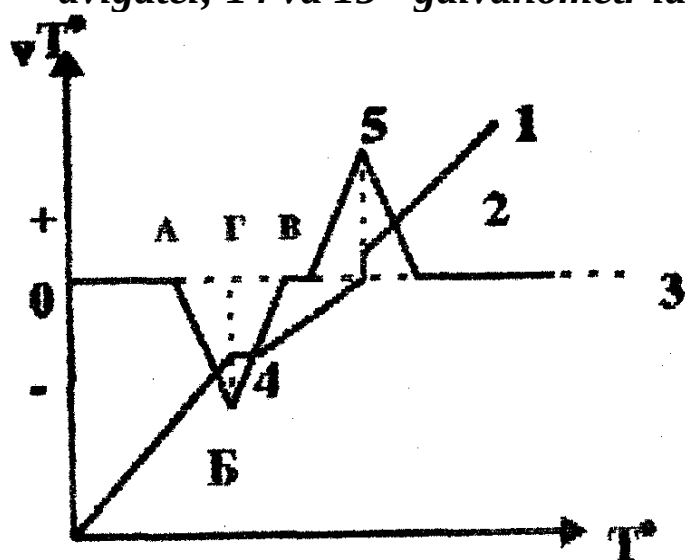




A

B

82-rasm. N.S.Kurnakov pirometri konstruksiyasi (A-birinchi uskuna, 1905 y.; B- zamonaiy uskuna): 1- namuna; 2- etalon; 3- elektr pech; 4- differensial termopara; 5- oddiy termopara; 6- elektr qarshilik; 7 va 8 -ko'zguli galvanometr; 9 - linza; 10 - fotoqogozli baraban; 11-avtotransformator; 12-reduktor; 13 - elektr dvigatel; 14 va 15 - galvanometr lampalari; 16- termostatlar.



B

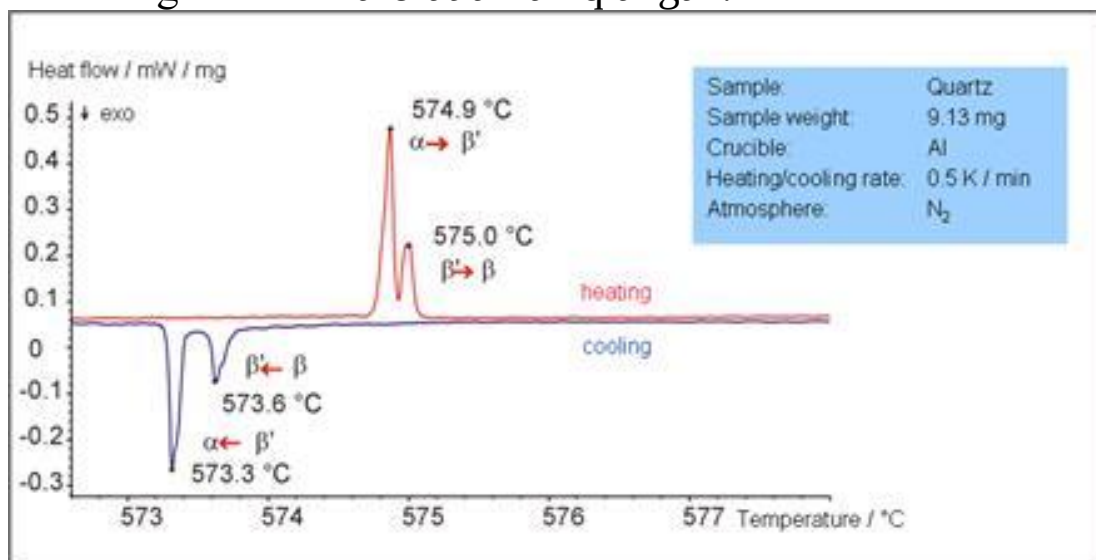
Bu erda:

- 1-qizdirish egriligi (termik tahlil);
- 2-differensial egrilik (DTA);
- 3-nul liniyasi;
- 4-endotermik effekt;
- 5-issiqlikni ajralishiga oid ekzotermik effekt.

83-rasm. DTA tabiatini ochib beruvchi diagramma: ABV-endotermik effekt cho'qqilarini o'lchami; AV-cho'qqining kengligi; GB-cho'qqining chuqurligi yoki balandligi-termik reakstiya intensivligini ko'rsatgichi.

Misollar:

84-rasmda kvarts mineralining qizdirish (yuqoridagi egri chiziq) va sovutishdagi (pastdagi egri) DTA chiziqlari keltirilgan. Tahlil uchun 9,13 mg kvarts namunasi olingan, azot muhitida qizdirish va sovutish egrilari yozib olinib, 570-575 °C diapazonida kvartsning turli modifikatsion o'zgarishlari haroratlari aniqlangan.



84-rasm. Kvarts mineralining DTA egri chiziqlari.

11.3. DTA egri chiziqlarining tabiatiga ta'sir etuvchi omillar.

Differentsial termik tahlili (DTA) dinamik usul hisoblanadi, shu sababli egri chiziqlar ta'sir etadigan omillar soni juda katta. DTA natijalariga ta'sir qiluvchi omillar guruhlarini ajratib ko'rsatishimiz mumkin⁹:

A. O'lchash uskunasi bilan bog'liq omillar:

1. Pechdagi atmosfera;
2. Pechning hajmi va shakli;
3. Namuna ushlagichning materiali;
4. Namuna ushlagichining geometriyasi;
5. Qizdirish tezligi;
- 6 Termoparani namunaga nisbatan joylashtirish.

B. Namuna xarakteristikalarini bilan bog'liq:

1. Namuna zarrachalari o'lchamlari;

⁹ Dah-Traoré, Yeri & Zerbo, Lamine & Seynou, Mohamed & Ouedraogo, Raguilnaba. (2018). Mechanical, Microstructural and Mineralogical Analyses of Porous Clay Pots Elaborated with Rice Husks. Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering. 06. 257-270. 10.4236/jmmce.2018.63019.

2. Namunaning massasi;
3. Issiqlik o'tkazuvchanlik;
4. Issiqlik sig'im;
5. Namuna zarralarini presslash zichligi;
6. Namunaning qisqarishi.

11.4. DTA egriliklarida endotermik (-) va ekzotermik (+) effektlar

1. Endotermik effektlar

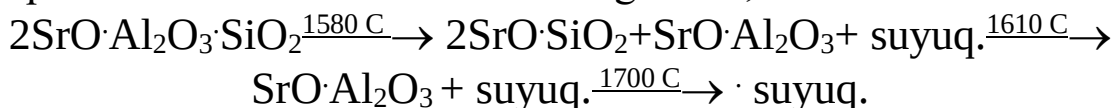
DTA chizig'i yoki egriliklarida **endotermik effektlar** (issiqlik energiyasi yutilishi bilan kechadigan jarayonlar) quyidagi hollarda roy beradi:

1) Termik buzilish yoki tekshirilayotgan moddadan gazsimon faza ajralishi bilan. Masalan, tuproq minerali $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ (degidratastiya); ohaktosh $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ (dekarbonizastiya);

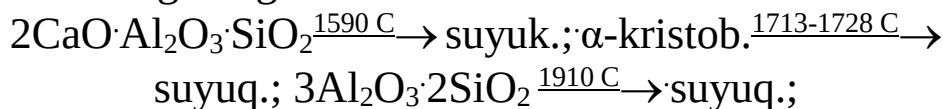
2) Termik parchalanish, ya'ni gazsimon faza ajralmasdan moddaning parchalanishi bilan. Masalan, alit mineralining parchalanishi:

3) Enantiotron xarakterli polimorf o'zgarish bilan. Masalan, α -kvars $\rightarrow \alpha$ -tridimit (kengayish 16%);

4) Moddaning inkongruent erishi bilan, yanga tarkibning suyuq va qattiq fazalarini xosil bo'lishi bilan birgalikda,



5) Moddaning kongruent erishi bilan:



$\text{MgO} \xrightarrow{2800\text{ C}} \text{suyuql.}; \text{CaO} \xrightarrow{2570\text{ C}} \text{suyuq.}; \alpha\text{-}2\text{ CaO} \cdot \text{SiO}_2 \xrightarrow{2130\text{ C}} \text{suyuq.}$

6) Qaynash – bug'lanish va vozgonka;

7) Qaytar reakstiyalar.

2. Ekzotermik effektlar.

Moddalarning differentsial termik analiz shakllarida **ekzotermik effektlar** (issiqlik energiyasi ajrab chiqishi bilan kechadigan jarayonlar) quyidagi sabablar tufayli sodir bo'ladi:

- 1) Oksidlanish reakstiyalarida $\text{Fe} + \text{O} \rightarrow \text{FeO}$; $\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{O} \rightarrow 2\text{CeO}_2$;
- 2) Monotrop xarakterli polimorf o'zgarish, berilgan temperaturada beqaror modifikastiyadan barqarorga o'tish bilan birgalikda $\alpha\text{-}2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (belit) $\xrightarrow{725-20^\circ\text{C}} \gamma\text{ C}_2\text{S}$ (2,97 g/sm³);
- 3) Beqaror amorf holatidan kristal holatiga o'tish bilan SiO_2 shisha $\rightarrow \alpha$ -kristobalit; kolloidlar kristallizastiyasi;
- 4) Birikish reakstiyalari. Masalan, alitni hosil bo'lishi. Sement, yarimgidrat gipsning gidratasiya jarayoni.
- 5) Absorbstiya jarayoni roy berganida;
- 6) Adsorbstiya jarayonida;
- 7) Kristallarning yiriklashish jarayoni va boshqalarda.

Demak, yuqorida qayd etilgan effektlar tabiatiga ko'ra 2 gruppaga ajraladi – fizik va kimyoviy o'zgarishlar (10-jadval).

10 jadval. Fizikaviy va kimyoviy jarayonlar, ulardagi issiqlik effektlar.

JARAYON TURI			
Fizikaviy jarayon		Kimyoviy jarayon	
Nomlanishi	Issiqlik energiya o'zgarishi*	Nomlanishi	Issiqlik energiya o'zgarishi*
Suyuqlanish	(-)	Parchalanish (dissotsiatsiya, degidratasiya)	(-)
Qaynash, vozgonka, bug'lanish	(-)	Birikish reaksiyalari (almashinuv reaksiyalari)	(+)
Adsorbsiya	(+)	Oksidlanish , qaytarilish reaksiyalari	(+)
Polimorf oz'garishlar	(-) (+)	Izomerizatsiya	(-) (+)
Amorf holatdan kristall holatga o'tish	(+)	Qattiq fazadagi reaksiyalar	(-) (+)

(kristallar o'sishi)			
Qattiq suyultmalar parchalanishi, ferromagnetikni paramagnetikga o'tishi	(+)	Molekulalar kamayishi bilan roy beradigan oksidlanish reaksiyalari	(+)
* (-) endotermik ; (+) ekzotermik			

Fizik termoeffekt beruvchilarga kiradi: absorbstiya, adsorbstiya, polimorf o'zgarish, kristallar yiriklanishi, desorbstiya, erish, amorf holatidan kristall holatiga o'tish, sublimastiya va bo'g'lanish. Kimyoviy termoeffekt beruvchi jarayonlar safiga xemosorbsiya, bo'linishi reaksiyalari, degidratastiya, gazli muhitda oksidlanish, molekulalar kamayishi bilan roy beradigan oksidlanish reaksiyalari, oksidlanish – qaytarilish reaksiyalari, gazli muxitda qaytarilish, qattiq fazada roy beruvchan reaksiyalar, biriktirish va o'rin almoshish reaksiyalari, izomerizastiya va boshqalar kiradi.

11.5. DTA usulning asosiy afzalliklari va kamchiliklari.

DTA usulning asosiy afzalliklari:

1. Keng qamrovli qo'llanilish soxalari.

DTA usulidan foydalanib, termodinamik va kinetikani tadqiqotlar o'tkazish mumkin. Ushbu usul yordamida kimyoviy va fazaviy o'zgarishlarning isiqlik effektlari, shuningdek moddalarning issiqlik sig'imi to'g'ridan-to'g'ri o'lchannishi mumkin. DTA ma'lumotlari asosida fazalar diagrammalarini qurish mumkin: ularning yordami bilan kristal fazasi-eritma holatlari muvozanat oblastlarida izobarik kesimlar turini aniqlash imkoniyati mavjud. O'lchovlar kimyoviy reaksiyalarning kinetik tahliliga ham imkon beradi: reaksiya bosqichlarining soni, ketma-ketligi va kinetik parametrlarini aniqlash mumkin. Erish cho'qqilariga qarab DTA usuli bilan moddalardagi qoshimchalar miqdorini aniqlash mumkin.

2. Keng doiradagi eksperiment sharoitlari.

Zamonaviy asboblarning dizayni o'lchovlarni ham past (suyuq azot) hamda yuqori haroratda o'tkazish imkonini beradi. Isitish (sovitish) tezliklari boshqarilib, 1 dan 50 gradus/min, yoki izotermik rejimda, yuqori bosimda, o'lchovlarni har xil gaz atmosferasi (statik yoki turli xil tezliklar oqimi)da bajarishga imkoniyat beradi.

Karbonatlarning dissostiastiyasi va gidratlarning suvsizlantirishdagi qizdirish temperaturasini aniqlash muxim ahamiyatga ega. Shuni xam nazarda tutish kerakki, olinayotgan temperatura effektlari qiymatiga qizdirish tezligi, namuna og'irligi va boshqa parametrlar katta ta'sir etadi.

3. DTA - ekspress usul.

Ushbu kalorimetrik usul juda tezkor va boshqa kalorimetrik usullarga nisbatan arzon hisoblanadi.

DTA usulning asosiy kamchiliklari:

Lekin differentsial termik tahlilining yuqorida keltirilgan afzalliklariga qaramay, qurilmalarning dizayn xususiyatlari va tajriba sharoitlari bilan bog'liq bir qator muammolari ham mavjud. Ushbu usulning asosiy muammosi (boshqa kalorimetrik tahlil usullari kabi) doimiy ravishda yuzaga keladigan "issiqlik yoqotishlar" dir.

Ushbu omillar o'lchov yacheykalarning haroratini biroz farqlanishiga, demak issiqlikni yacheyka va pech orasidagi farqiga olib keladi.

"Issiqlik yoqotishlar" mavjudligi nafaqat eksperimentda xatolikka olib keladi, shuningdek, qurilmani ko'p marotaba kalibrovka qilish zarurligiga olib keladi. Bu ham usulning kamchiliklari sifatida ko'rilishi mumkin, shunki kalibrovka qo'shimcha vaqt va moddiy xarajatlarni talab etadi. Instrumentlarni kalibrlash eksperimental sharoitda issiqlik oqimini aniqlash uchun zarur bo'ladi.

DTA egri chizig'i shakli nafaqat qurilmaning dizayniga, balki eksperiment sharoitiga ham bog'liq bo'ladi. Haqiqiy signal haqida tasavvurga ega bo'lish uchun o'lchagan signalni korreksiya qilish zarur hisoblanadi.

12- §. Termogravimetrik tahlil usullari.

12.1. Termogravimetriya usulini yaratilish tarixi.

Bu usulga K. Xonda 1915 yili asos solgan va birinchi bor termotrozlar yaratgan. 1915-1920 yillar davomida usulning termogravimet-

riya qismi Gaychar tomonidan rivojlantiriladi. 1940-1950 yillarida Dy- uval usul afzalliklarini amalda sinab ko'rsatadi. 1950-chi yillarda esa yuqori sifatli sanoat termotarozlari paydo bo'ladi. Bu esa deriva- tografiya usulini paydo bo'lishi va rivojlanishiga olib keladi.

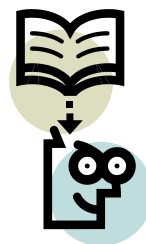
Derivatografiyaning an'anaviy 11- § da keltirilgan DTA dan farqi shundaki, bir namunaning o'zida entalpiya va og'irlikni yo'qotish qayd etiladi. Oddiy xoldagi differensial termotahlilda harorat namunani ichida, termogravimetriyada esa - pechdagi muxitda o'lchanadi. Bu esa egriliklarni mos ravishda qurishda qiyinchiliklarni yuzaga keltiradi va xatoliklarga yo'l qo'yishga olib keladi.

1955 yilda venger olimlari F.Paulik, I.Paulik va L.Erdey tomonidan keng tarqalgan va qo'llanilgan derivatograf yaratiladi.

12.2. Termogravimetriya usuli asoslari.

Termogravimetriya (Derivatografiya) usuli bo'yicha avtomatik ravishda to'rtta egrilik qayd etiladi:

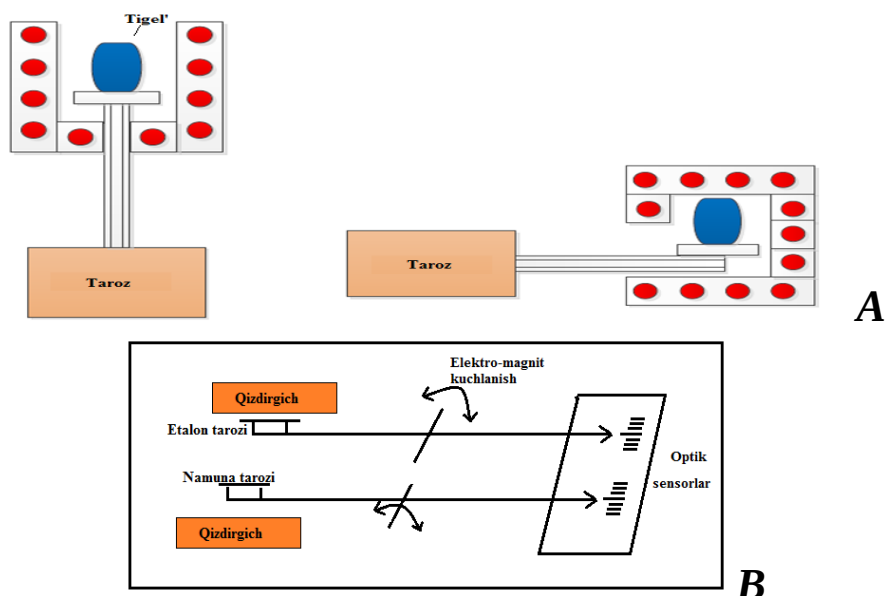
- 1) temperatura egriligi (TA);**
- 2) differensial termogramma eg'riligi (DTA);**
- 3) termogravimetrik egrilik (TG);**
- 4) differensial termo-gravimetrik egrilik (DTG).**



DTG bo'yicha qizdirish jarayonida og'irlik tezligining o'zgarishi ham aniqlanadi. Bu esa o'z navbatida termografik egrilik TG ustiga ustma-ust tushgan jarayonlarni ajratishga imkon beradi.

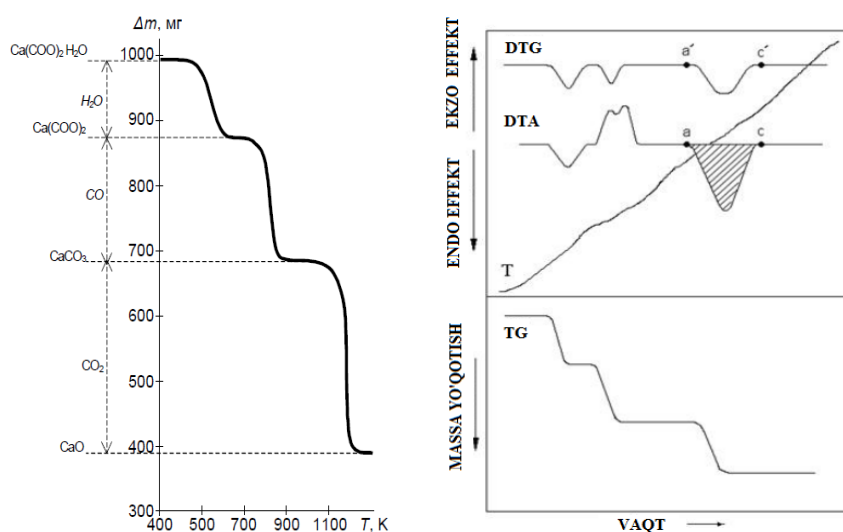
Bunga erishish uchun derivatograf torozisi chashkalaridan biriga permanent-magnit o'rnatilgan bo'lib, u cho'lg'am ichida vertikal o'qda joylashgan. Materialni qizdirish bilan og'irligini o'zgarishida magnit qizdirish tezligiga proporsional ravishda suriladi. Magnit maydonida xosil bo'lgan tok magnit uzatish tezligiga proporsional bo'ladi va uning kuchlanishi priborda fotografik yo'l bilan qayd etiladi.

Termotarozlarning ishlash printsipi quyidagicha. Namuna tarozda joylashtirilgan tigelga solinadi (85-rasm, A) va pechdagi harorat bir tekisda ko'tariladi. Pechning harorati millivoltmert bilan bog'langan termopara yordamida o'lchanadi va vaqti-vaqti bilan (masalan, har 5 ... 10 gradus Kda) namunaning massasi ham o'lchanadi (elektro-magnit kuchlanish orqali optik sensorlarga signal uzatiladi) (85-rasm, B).



85- rasm. Termogravimetrik tahlilda tarozlar vertikal va gorizontal konstruksiyasi (A) va termotarozni ishlash prinsipi (B).

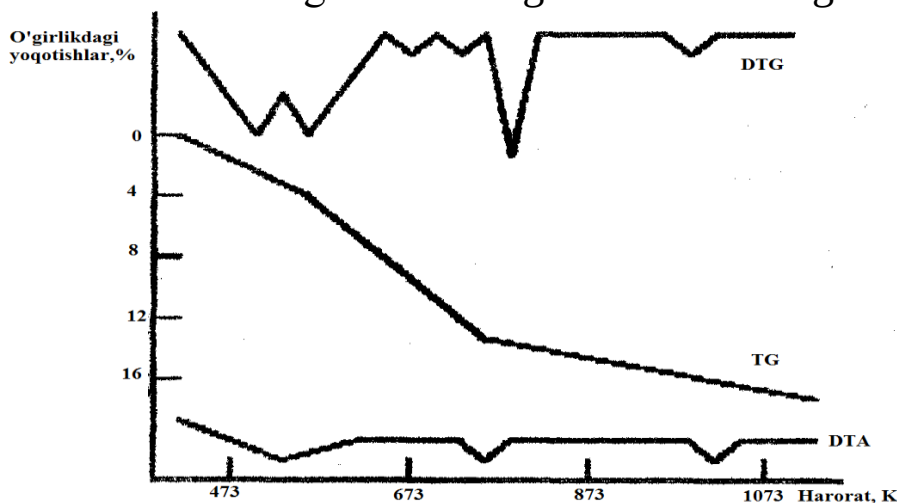
Grafik ravishda tasvirlangan o'lchov natijalari termogravimetrik egri chizigini hosil qiladi (86-rasm). Ordinata o'qi (Y) bo'yicha namunaning massa o'zgarishi va abscissa o'qi bo'yicha pechdagi harorat tasvirlanadi.



86-rasm. Kalsiy oksalati termogravimetrik egri chizig'i.

Olingan bog'liqlik moddaning termik barqarorligini baholashga, hamda moddaning boshlang'ich holatda, oraliq bosqichlarida va jarayon qoldig'ining tarkibini aniqlash uchun qo'shimcha ma'lumot beradi. Demak, termogravimetrik tahlil fizikaviy yoki kimyoviy jarayonlar natijasida uchuvchan moddalar ajraladigan materiallarni tahlil qilishda muhim o'rin egallaydi.

87-rasmda toza sement xamiri (yuza ko'rsatkichi 4000 sm²/g, qoliplash temperaturasi 293 K va yoshi 28 sutkaga teng)ni qizdirishda hosil bo'ladigan derivatogrammasi keltirilgan¹⁰.



87-rasm. Toza sement xamirining derivatogrammasi.

TG va DTG egri chiziqlarini

matematik qayta

ishlash natijasida moddaning o'zgarish jarayonining asosiy kinetik parametrlari – reaksiyaning faollashuv energiyasi E_a va reaksiya tartibi n hisoblanadi.

12.3. TG egri chizig'ining tabiatiga ta'sir etuvchi omillar.

Esperiment natijalarining takrorlanishi va aniqligi bir qator omillar bilan belgilanadi. Ushbu to'plamni ikkita asosiy guruhga bo'lish mumkin:

A. O'lchash uskunasi bilan bog'liq omillar:

1. Qizdirish tezligi;
2. Yozib olish tezligi;
3. Namuna ushlagichi va pechning shakli;
4. Pechdagi atmosfera;
5. Yozib olish qurilmasining sezgirligi;
6. Namuna uchun konteyner materialining kimyoviy tarkibi.

B. Namuna xarakteristikalar:

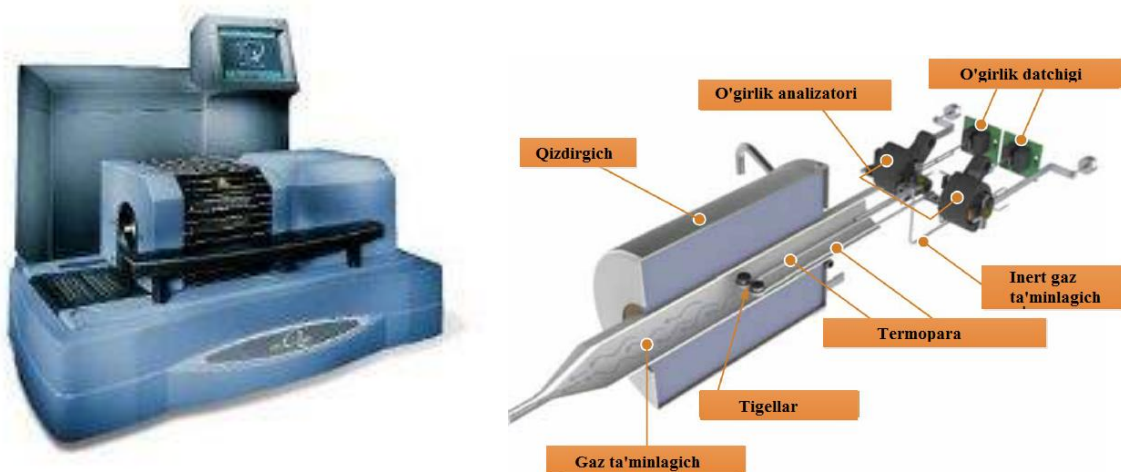
1. Namunani massasi;
2. Namunadagi gazlarning eruvchanligi;
3. Namuna zarrachalari o'lchamlari;
4. Reaksiya issiqligi;
5. Namuna zarralarini presslash zichligi;
6. Namunaning tarkibi;
7. Issiqlik o'tkazuvchanligi.

¹⁰ Jain, Smrati & Pradhan, Bulu. (2019). Effect of cement type on hydration, microstructure and thermo- gravimetric behaviour of chloride admixed self-compacting concrete. Construction and Building Materials. 212. 304-316. 10.1016/j.conbuildmat.2019.04.001.

12.4. DTG taxlil apparatlari, tuzilishi va qo'llanilish imkoniyatlari.

SDT Q600 markali termooanalizator derivatografi (gorizontal konstuksiya)

88-rasmda keltirilgan SDT Q600 markali (*gorizontal konsturksiya*) termooanalizator bir vaqtning o'zida namunaning massa o'zgarishlari (termogravimetrik tahlil), hamda issiqlik chiqish yoki yutilish jarayonlarini (differensial skanerlash kalorimetriyasi/differensial termik tahlil) qayd etishga imkon beradi. Termooanalizatorida tahlil kichik hajmli yuqoriharoratli truba pechida amalga oshiriladi. Pechda avtomatik ravishda ikki turdagi gaz berilishi, hamda namuna joylashgan oblastga alohida uchinchi turdagi gaz berilishi mumkin. Bu esa turli holatlardagi ekspluatatsiya sharoitlarini takrorlashga va namunani termik, korrosion va kimyoviy bardoshligini ham aniqlashga yordam beradi.



88-rasm. Termooanalizator SDT Q600, pech konstruksiyasi (gorizontal).

Termik tahlil bajarishda sinov namunasiga alohida talablar qoyiladi. Namuna tigell' materiali bilan o'zaro reaksiyaga kirishmasligi kerak, aks holda olingan ma'lumotlar noto'g'ri hisoblanadi. Tigell'ning materiali va o'rganilayotgan namuna reaksiyaga kirishgan taqdirda, bunday tigell'ni boshqa tahlil qilishda ishlatish mumkin emas. Tadqiqotlar bajarishda namunaning fizik-kimyoviy xususiyatlarini hisobga olish zarur, agar o'rganilayotgan modda bug'lanishida pechka ifloslanishiga olib keladigan bo'lsa, bunday tajribaga yo'l qo'yilmaydi. Aniq natijalarga erishish uchun namunani iloji boricha bir hil bo'lishi, qattiq namunani mayda kukun holatida maydalash kerak va tahlil etilayotgan

namuna tigel'ning pastki qismini qoplash uchun etarli moqdorda bo'lishi kerak.

SDT Q600 markali termoanalizatorni texnik ko'rsatkichlari 11-jadvalda keltirilgan.

11-Jadval. SDT Q600 markali termoanalizatorni texnik ko'rsatkichlari.

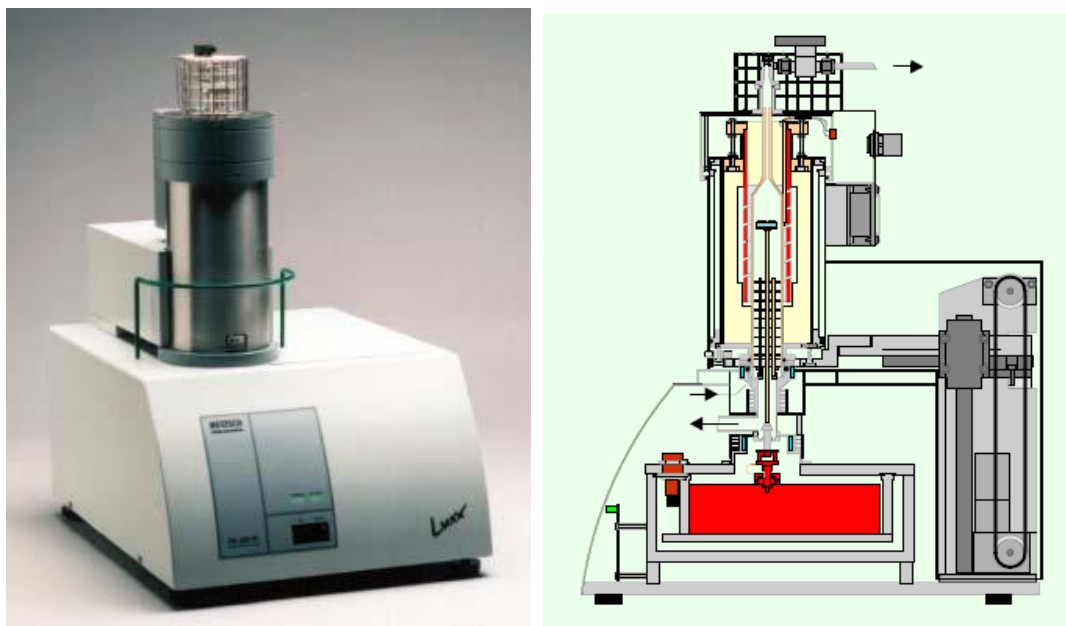
Ko'rsatkich	Parametr qiymatlari
Harorat diapazoni	20 - 1500 °C
Namuna atmosferasini boshqarish	Massa boyicha gaz oqimini nazorat qilish (2ta gaz kanali)
Qizdirish tezligi - 1000 °C gacha	0,1 dan - 100 °C/min
Qizdirish tezligi - 1000 °C dan 1500 °C gacha	0,1 dan - 25 °C/min
Sovutish tizimi	Havoda, 1500 dan 50 °C gacha 30 min. kam vaqt zarur
Namuna massasi	0,1 mkg
DTA sezuvchaligi	0.001 °C
Termopara	Pt/Pt-Rh
Vakuum	7 Pa (0.05 mm s.u.)
Agressiv gazlar bilan ishlash	Alohida gaz trubkasi
Tigel'lar	Platina: 40 mkl, 110 mkl Keramik (Al ₂ O ₃): 40 mkl, 90 mkl 

NETZSCH firmasining STA 409 PC Luxx derivatografi (vertikal konstuksiya)

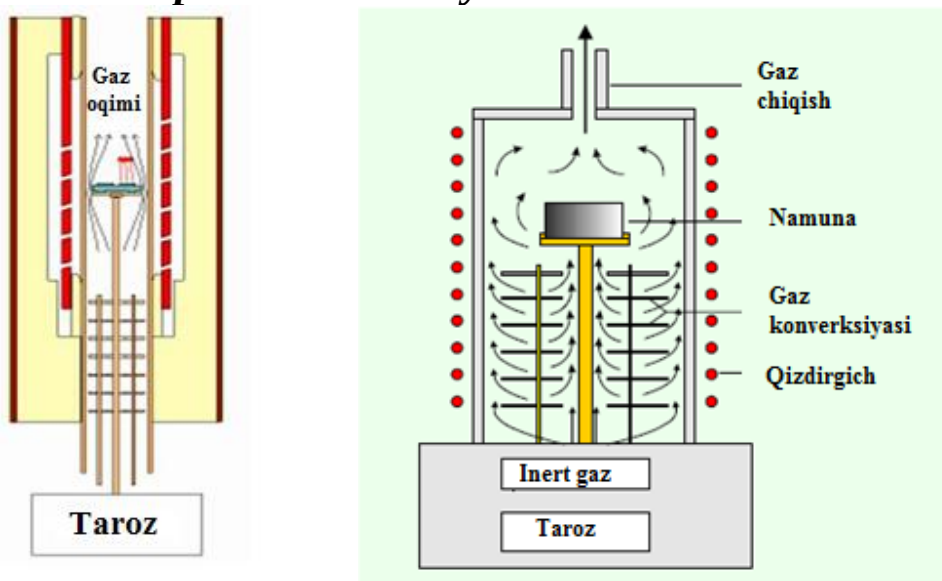
NETZSCH firmasining **STA 409 PC Luxx** (vertikal konstuksiya) derivatografi 89-rasmda keltirilgan. Pechga namuna yuqoridan vertikal holda yuklanadi (90-rasm).

Namunani vertikal yuklashi gazlarning konveksiyasini nazorat qilishga imkon beradi va namuna ushlagichining barqarorligini ta'minlaydi. Lekin, vertikal pechning kamchiliklari ham mavjud - konveksiya

oqimi bilan namunani pechdan itarib chiqarish ta'siri kuchli namoyon bo'ladi.



89-rasm. NETZSCH firmasining STA 409 PC Luxx derivatografi, pech konstruksiyasi vertikal.



90-rasm. Namunani vertikal joylashishi va gazlar konverksiyasi.

NETZSCH firmasining **STA 409 PC Luxx** derivatografidagi massani o'lchash chegarasi 18g ni tashkil qiladi (tigel' bilan birgalikda). Pechdagi harorat diapazoni 25 °C dan 1550°C gacha o'zgarishi mumkin. Maksimal ish harorati 1500 °C tashkil etadi. Max. isitish tezligi 50 °C/min, lekin tezlikni oshirmaslik tavsiya etiladi, optimal holat - (20-30) °C/min. Tajriba muhiti sifatida havo yoki inert gaz

argon qo'llanilish imkoniyati mavjud (30 ml/min). Asbobni sovutish boshqarilmagan holda amalga oshiriladi, sovutish vaqti 1500 ° C dan 100 ° C gacha -taxminan 45 minut tashkil etadi.

Hozirgi vaqtda termoanalitik usullar qattiq fazali jarayonlarni o'rganish, materiallar sintezi uchun yangi usullarni ishlab chiqish, qizdirishda ularning xususiyatlarining barqarorligini o'rganish, ko'p komponentli tizimlarda fazalarni shakllantirish jarayonlarini, dastlabki tarkibiy qismlarga, harorat bilan bog'liq holda qattiq eritmalar mavjud bo'lgan mintaqalarni o'rganishda, reaksiyalar yonalishi va polimineral ob'yektlarda har xil turdagi o'zgarishlarning kinetikasi va boshqalarni o'rganishda keng foydalaniladi.

Zamonaviy termoanalitik usullar turli xil o'zgaruvchanliklarida ko'p holatlarda boshqa usullardan foydalana olmaydigan ma'lumotlarni beradi. Bu kondensatlangan tizimlarning fizik-kimyoviy tahlilining fazaviy diagrammalar (eritish - qotirish jarayonlari, polimorf o'zgarishlar, qattiq eritmalarining parchalanishi va shakllanishi, yangi fazalarning kristallanishi, kimyoviy birikmalarning shakllanishi va parchalanishi va boshqalar) bilan bog'liq ko'plab muammolariga taalluqlidir.

Ushbu usulning afzalligi yuqori mahsuldorlik, tezkorlik, fazalarni bir vaqtning o'zida aniqlash imkoniyati va namunaning mikro miqdorlaridan foydalanish (1-10 mg). Usul past yoki yuqori harorat ta'sirida fizik ko'rsatkichlardagi o'zgarishlarni qayd etish, texnologik qayta taqsimlashning oqilona sxemalarini ishlab chiqish va olingan materiallarning ekspluatatsion xususiyatlarini (termik barqarorlik, termodinamik xususiyatlar va boshqalar) oldindan belgilash va boshqarishga imkon beradi.

Usul kamchiliklari:

Zamonaviy termoanalitik usullarda tasvirlangan taxminiy hisoblash usullari yordamida xatolar 5-10% ga etadi. Isitish tezligining notekisligi asosan reaksiya tartibini aniqlashning aniqligiga ta'sir qiladi, faollashtirish energiyasini aniqlashning aniqligi esa haroratni o'lchashdagi xatolarga ta'sir qilishi mumkin.

13- §. Kompleks termik analiz.

Kompleks termik analiz usullari G.N. Voronkov (1953 y.) va E.K. Keler (1955 y.) tomonidan keramik xom-ashyolarni tekshirish uchun ishlab chiqilgan.

Keler boyicha kompleks termik analiz quyidagilardan iborat:

- 1) odatdagi DTA;
- 2) qizdirish jarayonida materialni uzayishi yoki qisqarishini aniqlash (dilatometriya);
- 3) qizdirishda material og'irligini yo'qolishini aniqlash.

Voronkov boyicha KTA ga kiradi:

- 1) DTA egriklari;
- 2) og'irlikni o'zgarishi egriligi;
- 3) xajmi o'zgarishi egriligi;
- 4) elektrqarshilik egriligi.

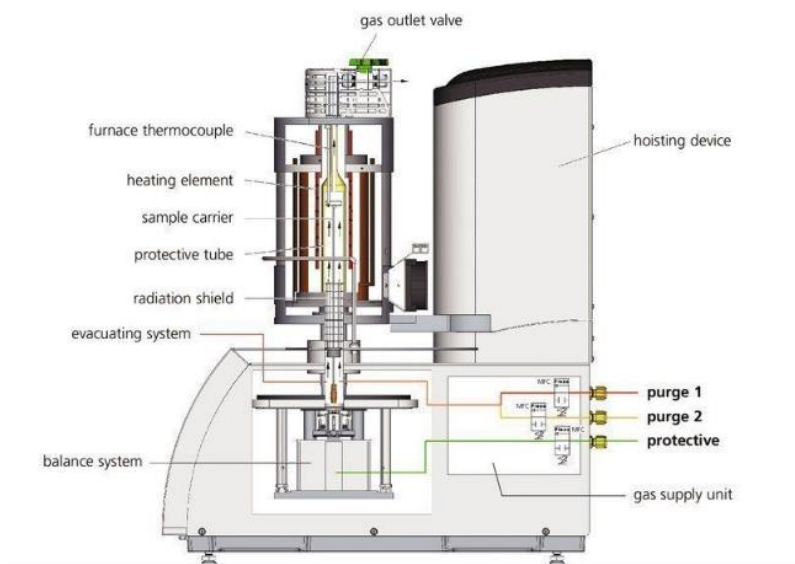
Fotoqayd etish qurilmasi sifatida Kurnakov pirometri ishlatilgan: barabanning fotoqog'ozida bir vaqtning o'zida termik effektlar, namunaning og'irligi va xajmni o'zgarishi qayd etiladi. Namunaning chiziqlari o'lchamini o'zgarishi (tajribadan oldin qoyilgan belgi) foto qayd etish uchun optik sistemada berilgan.

Kompleks differensial termik, termogravimetriya va kalorimetrik tahlil.

Mineral moddalarni kompleks o'rganishda termogravimetriya va gazsimon mahsulotlar tarkibini tahlil qilish ko'pincha differentsial termal tahlil bilan birgalikda qo'llaniladi.

Kompleks termal tahlil qilish uchun zamonaviy qurilmalarga QMS 403 C Aeolos gaz-analizatoiri bilan jihozlangan NETCH STA 449C derivatograf uskunasi kiradi, bu uskunada odatiy DTA va TG o'lchivlardan tashqari kalorimetrik o'lchovlar, hamda reaksiya natijasida ajralayotgan gazlar miqdorini tahlil qilish mumkin.

NETCH STA 449C sxemasiga quyidagi bloklar mavjud: o'lchash bloki, quvvat manbai, termostat, tizimni boshqarish moslamasi TASK, kompyuter. O'lchash bloki quyidagilarni o'z ichiga oladi: termotrozlar, o'choq, namunani joylash moslamasi, namuna ushlagichi, gaz chiqarish klapani (91-rasm).



91-rasm. QMS 403 C Aeolos gaz-analizatori bilan jihozlangan NETCH STA 449C derivatograf uskunasi (DTA, DTG, mass-spek-trometrik tahlil).

STA 449C markali derivatografni ishlash harorati diapazoni juda keng, pechning isitgichlari va tegishli termoparalar materiali turiga (volfram, grafit, kremniy karbidi, rodii va boshqalar) qarab -150 dan 2400 °C gacha belgilanadi. Pech yaxshi vakuumlangan va tashqi muhitdan himoyalangan, bu esa tahlil qilinayotganda o'rganilayotgan moddadan chiqadigan gazlarni yo'qotmasdan to'plash va ularni qurilma bilan o'zaro bog'langan mass-spektrometrda tahlil qilish imkonini beradi.

Termogravimetriya imkoniyatlari:

- ✓ Massa o'zgarishini % yoki mg da aniqlash;
- ✓ Og'irlikni o'zgartirish bosqichlarini avtomatik aniqlash;
- ✓ Qoldiq og'irligini aniqlash;
- ✓ TG egri chizig'ida vazn yo'qotish boshlanishi va oxirini aniqlash (ekstrapolyatsiya);
- ✓ Termogravimetrik egri chizig'ining 1 va 2 hosilalari haroratining maksimal darajasi aniqlash.

Differensial skanerlash kalorimetr imkoniyatlari:

- ✓ Issiqlik effektining boshlanishi, maksimal, o'tish, tugash haroratini aniqlash;
- ✓ O'tishlarni termik effektlarini va entalpiyani aniqlash;

- ✓ Vitrifikatsiya / devitrifikatsiya o'tishini kompleks tahlil qilish;
- ✓ Avtomatik asos chiziqni tuzatish
- ✓ Kristallanish jarayonining parametrlarini aniqlash
- ✓ Oksidlanishning induksiyon vaqtini aniqlash
- ✓ Solishtirma issiqlik sig'imini aniqlash.

Termogravimetrik chizig'i olishda, shu jumladan kompleks termik analizda ham xuddi boshqa termografiya metodlarida roy beradigan xolatdagidek ko'p faktorlar mavjud. Ular tajriba natijalarining aniqligi va qayta tiklanishiga goh ijobiy, goh salbiy ta'sir o'tkazadi. Ularni ikki asosiy gruppaga bo'lish mumkin:

1. O'lchovchi asboblari (termotaroqlar) tuzilishi va ishlashi bilan bog'liq bo'lgan faktorlar:

- a) pech qizdirilish tezligi;
- b) yozish tezligi;
- v) pech atmosferasi;
- g) namuna ushlagich shakli;
- d) yozuv qurilmasining sezgirligi;
- e) namuna konteyneri materiali kimyoviy tarkibi.

2. Namuna xarakteristikasi:

- a) namuna massasi;
- b) namunada ajralib chiqarilayotgan gazning qayta erishi;
- v) namuna bo'lakchalari o'lchami;
- g) reaktsiya issiqligi;
- d) namuna bo'lakchalarining zich joylashishi;
- e) namunaning kimyoviy tarkibi;
- j) issiqlik o'tkazuvchanlik va xokazo.

14- §. Termik tahlilda foylaniladigan uskunalari, tarkibiy qismlari.

Termografiya usullarining imkoniyatlari yuqorida keng tavsiflab berildi. Eng avvalo ular yordamida tekshirilayotgan moddada sodir bo'ladigan endo- va ekzotermik effektlarni qaysi temperatura nuqtasida boshlanishi va qaysi temperaturada tugashi haqida o'ta aniq xulosaga ega bo'lish mumkin. Bu esa birinchi harorat nuqtasining pasti va

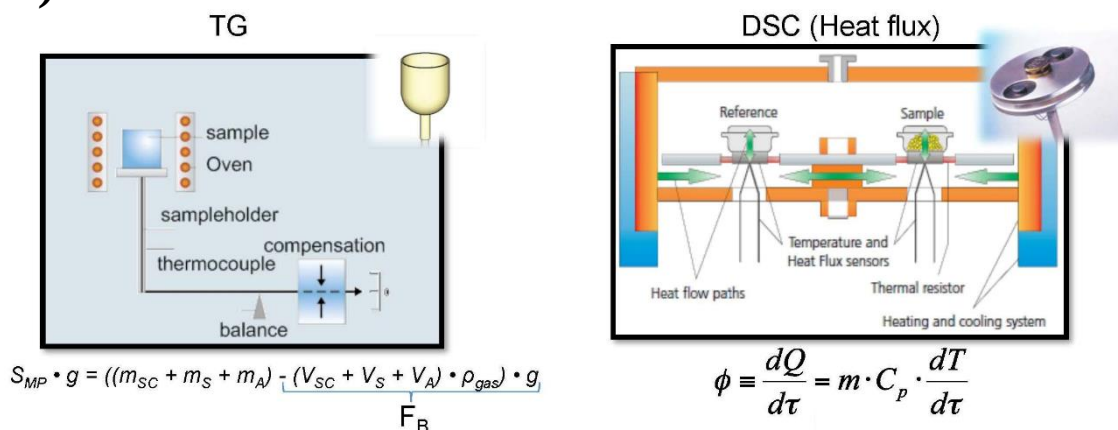
ikkinchi xarorat nuqtasining tepa tomonlarida rentgenografik, IQ spektroskopik va mikroskopik tadqiqotlar o'tkazib, fiksastiya qilingan effektning kimyoviy mohiyatini anglashga imkon yaratadi.

Termografiya tadqiqotlarini o'tkazishda tanlangan apparatura, tigell va termoparalar o'rni nixoyatda muhim hisoblanadi. Ayniqsa, tajribalarni 1500°C va undan yuqori haroratda olib borilganda namuna va termopara simlarining uchmasligini ta'minlash, tigell tozalash jarayonini osonlashtirish va hokazo talab qilinadi.

Agar tadqiqotlarda termik tahlil usuli qo'llanmasa, u xolda juda ko'p marta namunalarni kuydirish, juda ko'p rentgenogrammalar olish va ularni echimini topish, ko'p sonli mikroskopik shliflar yasash va tadqiqotlar o'tkazish kerak bo'lar edi. Termografiya esa olimlar ishini sistematikaga solib, tadqiqotlar sonini maksimal holda kamaytirishga imkon berdi.

14.1. Zamonaviy termik jixozlar tarkibiy qismlari.

1) Volfram (2800°C gacha), elektrografit (2000°C gacha), rodiy (1800°C gacha), silit (1500°C gacha), 10-20% rodiyli platina (1500°C gacha), globar (1500°C gacha), platina (1400°C gacha), tantal (1330°C gacha), molibden (1200°C gacha), xromel (1100°C gacha), nixrom (1000°C gacha) kabi *qizdirgichlarga ega bo'lgan elektrik pechlar (92-rasm)*:



92-rasm. TG va DSC usullari uchun qo'llanadigan tigellar.

2) *Potenstial-regulyator* yoki boshqa turdagi pech temperaturasi bir meyorda ko'tarilishini ta'minlovchi jixoz. Bular qatoriga atomatik polzun-kili reostatlar, avtotransformatorlar va potenstial-regulyatorlar kiradi. Kontaktli galvanometr va potenstiometrlarni ham ishlatish mumkin.

3) Etalon va namuna solinadigan **tigellar** (platinali, korundli, grafitli va boshqalar) (93-rasm).



93-rasm. Termik tahlilda qo'llaniladigan tigel materillar.

4) Platina – platinorodiyli (20%Rh), platina-platinarodiyli (10%Rh), xromel-alyumelli, volfram-molibdenli, nikel-xromnikelli, temir-kons-tantan, mis-konstantan va boshqa **oddiy va differensial termoparalar** (94-rasm, 12 jadval). Temir-konstantan termopara 185-370°C oralig'ida, xromel-alyumelli termopara 1200°C gacha, platina-platinorodiyli esa 1400 °C gacha ishlatiladi. 1400°C dan yuqoriroq temperaturada esa volfram, molibden, reniy, tantal, niobiy va ularning qotishmalaridan yasalgan termoparalar ishlatilishi kerak.



94-rasm. Termopara va termosensorlar.

12 jadval. Termoparalar turlari va texnik kor'satkichlari.

Turi	Tarkibi	Ish temperaturasi, K		Kuchlanish (0°C), mV
		T _{min}	T _{max}	
T	Cu/ constantan	3	670	20
J	Fe/ constantan	70	870	34
E	chromel/ con- stantan	-	970	45
K	chromel/alumel	220	1270	41
S	Pt/Pt-Rh (10)	270	1570	13
R	Pt/Pt-Rh (13)	220	1570	12
C	W/Wre (26)	-	2670	39
N	Nicrosil/Nisil	-	1200	39

Bu erda <i>Contantan</i> - 58 % Cu, 42 % Ni	<i>Chromel</i> - 89 % Ni, 10 % Cr, 1 % Fe
<i>Alumel</i> - 94 % Ni, 2 % Al, 1,5 % Si, 2,5 % Mn	<i>Nicrosil</i> - Ni, Cr, Silicon/Ni, Silicon

5) Natijalarni yozuvchi avtomatik yozuv qurilmasi (fotoqayd etish-yozish yoki potentsiometr).

Demak, nomi qayd qilingan jixozlar ustida batafsil tushuntirish beriladi:

1. Pechlar: metall korpusli himoyalangan, ichiga qizdirish elementlari o'rnatilgan jixoz. Qizdirish elementi sifatida diametri 0,5-1 mm bo'lgan nixromli simlar (1273 K gacha), qotishma B-2 (1473 K gacha), platina (1773 K gacha), silitli (SiC+C, 1773 K gacha) va korborundli sterjenlar (SiC, 1773 K gacha) ishlatiladi.

2. Pechning termoregulyatorlari sifatida avtomatik siljuvchi reostatlar, avtotransformatorlar va programma bilan boshqariladigan potentsial regulyatorlari qo'llanadi.

3. Tigellar - qalin devorli metall yoki keramika bloki, dumaloq yoki to'g'riburchak shaklda tayyorlangan. Platinali tigellarni kislotada tozalab, ko'p vaqt ishlatish mumkin.

4. Termoparalar – ularga eng katta qoyiladigan talab modda bilan o'zaro ta'sirlashmaslik. Shuning uchun ko'pincha 1773 K gacha Pt-PtRh va 2273 K gacha volfram – molibden termoparalari ishlatiladi.

5) O'zi yozuvchi yoki registratsiya qiluvchi sistema. Elektron o'zi yozuvchi qurilmalar - EPP-09, EPD-09 tipidagi potentsiometrlar qo'llaniladi.

14.2. Tenzimetriya, gazovolyumetriya va dilatometriya asboblari.

Tenzimetriya. Mineralni qizdirish jarayonida tarkibda bor bo'lgan uchuvchan komponentlarining qayishqoqligini qayd etishga asoslangan.

Tenzometriya priborlari Xyutting (1920 y.), Krauss va Shriver (1930 y.), Siromyatnikov (1940 va 1957 y.) tomonidan yaratilgan. Bu priborlar gazni qizdirish jarayonida uning bosimi (R), xajmi (V) ni o'zgarishini o'lchash imkoniyatini beradi.

Gazovolyumetriya - aniq temperaturada minerallardan N_2O , SO_2 va boshqa gazsimon fazalarni ajralishiga asoslangan. L.G. Berg tomonidan 1952 y. ajralayotgan gaz xajmi o'zgarishini o'lchash gazli byuretkada amalga oshirilgan.

Gazovolyumetriya temperaturalari va ajralib chiqqan gaz hajmini bilish orqali aralashmadagi mineralni dastlabgi miqdorini aytib berish mumkin.

Shuning uchun bu usulda ko'proq 50-200 mg, tenzometriya usuli bo'yicha esa 1-2 mg miqdorida modda olinadi.

Dilatometriya - jismning kengayishini o'lchaydigan usul. Bunday usulda tekshirishni dilatometr priborida amalga oshiriladi.

Dilatometriya termik analizning bir turi bo'lib, bunda qattiq holatdagi kimyoviy modda, mineral, shisha, xom ashyo yoki sanoat chiqindisining yuqori temperatura ta'sirida kengayishi aniqlangan. Bunday kengayish chiziqli kengayish koeffitsienti (α) va hajmiy kengayish koeffitsienti (β) nomli parametrlar bilan xarakterlanadi.

Chiziqli kengayish koeffitsienti α deb tekshirilayotgan modda temperaturasi $1^\circ C$ ga ko'tarilganda namuna o'lmamining nisbiy uzayishiga aytiladi:

$$\alpha = \Delta l / l \cdot \Delta t \text{ yoki } \Delta l = \alpha \cdot l \cdot \Delta t$$

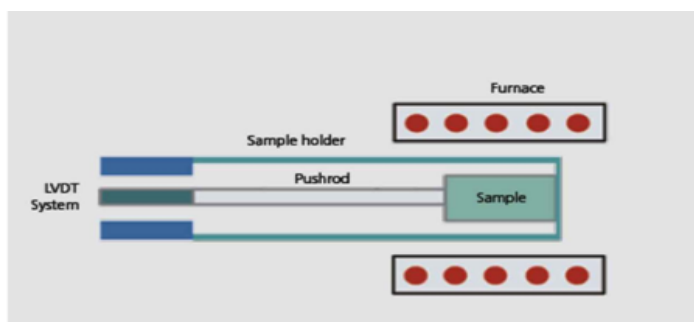
bunda l - tekshirilayotgan modda namunasining uzunligi;

Δl – temperaturasi Δt ° ga oshirilganda namuna uzunligining o'rtishi;

Δt – boshlang'ich (t_1) va oxirgi temperatura (t_2) lar farqi.

$$\varepsilon = 1/r * (dr/dT)$$

ε – thermal expansion coefficient
 r – sample length



95-rasm. Dilatometriya termik analiz fizikaviy asosi.

14.3. Tahlil uchun preparat tayyorlash usullari.

Tahlil uchun kerak bo'lgan material miqdori olib borilayotgan tekshiruv turiga bog'liq:

- Minerallarni tahlili uchun - 30-100 mg;
- Termoanalitik egrilik olish uchun - 350-500mg modda zarur;

v) Yalpi bir turli aniqlashlar uchun - 100 mg modda zarur bo'ladi.

Namuna tayyorlash usuli:

Uzoq muddatli maydalash orqali namuna kukun xoliga keltiriladi (kukun kattaligi 0,0043 mm). Tarkibida konstitutsion H_2O va oson oksidlanuvchi elementlar bo'lmashligi kerak.

Termografiya usullari bilan tadqiqotlar o'tkazish chog'ida tekshirilayotgan modda namunasidan 0,05-0,3 g dan 10-12 g gacha olinadi. Olingan namuna chinni yoki agat xovonchada 1-3 mm li bo'lakchalar holigacha maydalanadi. Maydalangan materialdan 1-2 g olib byuksga solinadi, ustiga absolyut spirt quyiladi va 10-20 soat tinch qoyiladi. Keyin material qog'oz filtriga to'kib suvsizlantiriladi. So'ngra material 4900-10000 teshikli elaklarda elanadi. Shundan keyin undan o'rtacha namuna 0,3-0,5 g miqdorida olinadi va termo-grafning platina yoki korunddan tayyorlangan tigeligga solinadi.

Analiz uchun olinadigan namuna miqdori gilsimon minerallar uchun 0,3-2 grammga teng bo'ladi. Bu xolda pechdagi qizdirish tezligi 5-10 grad/min atrofida bo'ladi. Agar qizdirish tezligi 50-60 grad/min bo'lsa, u xolda namuna miqdori 0,1 g gacha kamayishi mumkin. Natijalarning aniq bo'lishiga tekshirilayotgan modda bilan etaloning bir xil zichlikga ega bo'lishi darkor.

14.4. Usulning imkoniyatlari, afzalligi va kamchiliklari.

Termik tahlil usullaridan amaliy jihatdan foydalanish imkoniyatlari. Ularga quyidagilarni ko'rsatish mumkin:

1) Bu usulsiz ilmiy-tadqiqot ish olib boruvchilar mikroskopiya, rentgen kabi usullar bilangina ishlaganda o'nlab, hatto yuzlab eksperimentlar o'tkazishlari zarur edi. Termografiya usuli qo'llanishi bilan eksperimentlar soni kamaydi, birgina eksperiment o'tkazish bilan kerakli effektlar va ularning chegaralari hamda tabiati haqida aniq fikr yuritish imkoni paydo bo'ldi;

2) Xom-ashyo materiallari, minerallari, jinslarni mineralogik tarkibini ularning termik egri chiziqlarini boshqa etalon termogrammalarga taqqoslash yo'li bilan ilk bor axborotga ega bo'lish imkoniyati yaratildi;

3) Mineralni turini, ayniqsa bir gruppaga taaluqlisini tahlil qilishga imkoniyat beradi. Ayniqsa karbonatlar, suvli birikmalarda ularning parchalanishi, suvni uchib chiqib ketishini sistematik aniqlashga muvaffaq bo'lindi;

4) Moddaning teplofizik xolati, ayniqsa kimyoviy reakstiyalar davomida ularning issiqlik yutishi yoki chiqarilishi masalalarini aniqlash imkoniyati paydo bo'ldi;

5) Moddaning termoinert yoki termoaktivligini aniqlaydi. Masalan, korundning termoinertligi va kremnezemning termoaktivligi;

6) Issiqlik effekti sodir bo'ladigan temperatura oraligini aniq-laydi. Termografiyadan boshqa usul qo'llanganda bu masalani echish juda qiyin kechadi, juda ko'plab tajribalar o'tkazilishi talab etiladi;

7) Mineral turini tabiatdagi kimyoviy o'zgarishini aniqlashga imkon beradi;

8) Fizik-kimyoviy jarayonni tezligi va vaqt boyicha uning xarakterini aniqlashga xizmat qiladi;

9) Jarayonda xosil bo'layotgan modda miqdorini aniq o'lchashga imkon yaratadi.

Usulning afzalligi. Uning afzal tomonlari ko'p. Ularga quyidagilar kiradi:

1) Usulning amorf, mayda dispers va magmatik minerallarni o'rganish uchun qo'llash imkoniyati mavjudligi;

2) Usulning ob'ektivligi va yaqqol qog'ozga termogramma yoki derivato-gramma xolatida tushirilishi;

3) Bajarish texnikasining soddaligi, ishlatilgan tigellarning tozalab qayta ishlatish imkoniyati mavjudligi;

4) Usulni tez bajarilishi. U 15 dan to 45-60 min gacha talab qiladi. Shu bilan birga ko'p analiz – termoeffektlar, og'irliklar va boshkalarga oid tajribalarni bir vaqtda o'tkazish imkoniyati mavjudligi;

5) Moddani kam miqdorda, ya'ni 0,1 dan 0,5 g gacha olish imkoniyati mavjudligi;

6) Mineral turini termoanalitik xarakteristikasini aniqlash imkoniyati;

7) -190° dan to $+3000^{\circ}$ C gacha temperaturalarda DTA egriligini olish imkon.

Usulning kamchiliklari. Ma'lum darajada kamchiliklar ham mavjud:

1) Termografiya orqali ma'lum bir temperaturada termoeffekt sodir bo'lganligi, moddaning miqdori o'zgara boshlaganligi qayd etiladi, lekin u nima asosida roy berganligi aniqlana olmaydi.

2) Rentgenografiya, IQ spektroskopiya, mikroskopiya, kimyoviy va boshqa turdagi analizlarni jalb etgandan keyingina xulosa chiqarish mumkin bo'ladi.

3) Termogramma olish eksperimental sharoitga bog'liqligi (qizdirish tezligi, namuna og'irligi, differentsial termopara zanjiridagi o'zgaruvchanlik, tigeldagi moddaning zichligi, etalonning xossasi, pechning atmosferasi, termopara qotishmasining namuna va etalonga o'rnatilishi, disperslik darajasi va boshqalar).

Nazorat savollari.

1. Termografiya usulining nazariy asoslari kim tomonidan ishlangan?
2. Termografiya usuliga oid termik analiz usullarini sanab bering.
3. Termik analiz deb qanday tahlil turiga aytiladi?
4. Dolomit mineralining termik tahliliga oid vaqt-temperatura diagrammasini chizing va undagi egri chiziqlar xolatini tushuntiring.
5. Moddalarda sodir bo'layotgan qanday jarayonlar kompleks termik analiz orqali aniqlanadi?
6. Moddalarni qizdirish jarayonida derivatografik analiz orqali qanday parametrlar aniqlanadi.
7. Endotermik effekt qanday roy beradi?
8. Moddalarda ekzoeffekt qanday roy beradi?
9. Derivatograf qaerda va qachon yaratilgan?
10. Jadvalda keltirilgan kimyoviy modda va minerallarni 20-1500 °C intervalida qizdirish natijasida namoyon bo'ladigan termik effektlarni keltiring. Kimyoviy reaksiyaning harorati va turini aniqlang:

T, °C					
Modda					
Kvarts					
Kaolinit					
Dolomit					

Tal'k					
Ohaktosh					

Mavzuga oid testlar

1. Termik taxlil usulida moddalarning qanday xossalari aniqlanadi?

- A. Moddalarning optik xossalari.
- B. Moddalarning ichki tuzilishi.
- C. Moddalarning kristall panjarasining turlari.
- D. Moddalarda harorat o'zgarishi bilan sodir bo'ladigan kimyoviy jarayonlar.
- E. Minerallarning kimyoviy tarkibi.

2. Differensial termik taxlilning apparatlari:

- A. IQ spektrometr, polyarograf
- B. Difraktometr DRON.
- C. Dilatometr.
- D. Tenzimetr.
- E. Derivatograf Paulik-Paulik-Erdey.

3. Termografiya taxlili usullari:

- A. Termik analiz. Differensial termik analiz. Kompleks termik analiz.
- B. Termik analiz. Difraksion termik analiz. Kompleks spektral analiz.
- C. Kompleks rentgenotermik analiz.
- D. Differensial termik analiz. Kompleks spektral analiz.
- E. Termik analiz. Differensial analiz. Polyarografik taxlil. Yadromagnit rezonans taxlili.

4. Moddalarni qizdirish egrilari birinchi marotaba qaysi olim tarafidan olingan?

- A. I. Tananayev.

- B. Poling.
- C. Bregg.
- D. Le-Shatelye .
- F. Vulf va Bregg.

5. Termografiya usulini asosiy asbobi - pirometr qaysi olim tarafidan yaratilgan?

- A. Vulf va Bregg.
- B. Bregg.
- C. Poling.
- D. I. Tananayev
- E. N. Kurnakov.

6. Ohaktosh kuydirilayotganda sodir bo'ladigan jarayon.

- A. Kal'siy karbonat va uglerod oksidi hosil bo'ladi
- B. Kal'siy va uglerod hosil bo'ladi
- C. Kal'siy oksidi va uglerod oksidi hosil bo'ladi
- D. Kal'siy oksidi va kislorod hosil bo'ladi
- E. Kal'siy oksidi va suv hosil bo'ladi

7. Termik taxlil usulida nima o'rganiladi?

- A. Moddalarning kimyoviy tarkibi va kristallokimyoviy strukturasi o'rganiladi.
- B. Moddalarning ichki tuzilishi.
- C. Moddalarning kristall panjarasining turlari.
- D. Moddalarning optik hossalari.
- E. Moddalarda harorat o'zgarishi bilan sodir bo'ladigan kimyoviy jarayonlar.

8. Differensial termik taxlilning apparatlari:

- A. Derivatograf Paulik-Paulik-Erdey.
- B. Diffraktometr DRON-4.
- C. Dilatometr.
- D. Tenzimetr.
- E. IQ spektrometr IQS-14, IRRAFINITY.

9. Termik taxlil egri chiziqlari asosida qanday hususiyatlar o'rganiladi?

- A. Qizdirish vaqtida moddalardagi yo'qotishlar miqdori aniqlanadi.

- B. Qizdirish vaqtida sodir bo'layotgan namunaning chiziqli o'lchamlarini o'zgarishlari o'rganiladi.
- C. Moddaning qizdirish yoki sovitish vaqtida haroratni vaqt bilan bog'liqlikda o'zgarishi o'rganiladi.
- D. Moddaning qizdirish yoki sovitish vaqtida optik hossalarini o'zgarishi o'rganiladi.
- E. Moddalarning optik xususiyatlari o'rganiladi.

10. Differensial termik taxlilda o'rganiladigan fizik parametr va qo'llaniladigan apparatni aniqlang:

- A. Namunaning chiziqli o'lchamlarini o'zgarishi – dilatometr.
- B. Temperatura – termometr.
- C. Namunaning entalpiyasi – kalorimetr.
- D. Namuna va etalon o'rtasidagi harorat farqi – DTA apparati.
- E. Namunaning solishtirma og'irligi- pirooskop.

11. Dilatometrik termomexanik taxlilda o'rganiladigan fizik parametr va apparatini aniqlang:

- A. Namunaning solishtirma og'irligi- pirooskop.
- B. Namunaning yentalpiyasi o'zgarishi- kalorimetr.
- C. Namuna va yetalon o'rtasidagi harorat farqi – DTA apparati.
- D. Namunaning harorati-termometr.
- E. Namunaning chiziqli o'lchamlarini o'zgarishi– dilatometr.

12. DTA chizig'ida namoyon bo'ladigan effektlarni keltiring:

- A. Endo va ekzo-effektlar.
- B. Pyzeoeffektlar.
- C. Shottki effektlari.
- D. Difraksiya effekti.
- E. Elektr effekt.

13. Endotermik jarayonlar:

- A. Kimyoviy jarayon davomida temperatura pasayadi.
- B. Kimyoviy jarayon davomida issiqlik ajraladi.
- C. Kimyoviy jarayon davomida issiqlik o'zgarmaydi.
- D. Kimyoviy jarayon davomida moddaning og'irligi o'zgarmaydi.
- E. Kimyoviy jarayon davomida issiqlik yutiladi.

14. Qo'yidagilardan endoeffektlarni aniqlang:

- A. Nobarqaror amorf modda kristall xolatiga o'tishi.
- B. Moddaning parchalanishi, buzilishi.
- C. Monotrop polimorf o'zgarishlar.
- D. Oksidlanish reaksiyalari.
- E. Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari.

15. Ekzotermik reaksiyalarni aniqlang:

- A. Enantiotrop polimorf o'zgarishlar.
- B. Hamma kimyoviy reaksiyalar.
- C. Moddaning parchalanishi, buzilishi.
- D. Monotrop polimorf o'zgarishlar.
- E. Moddalarning dissotsiatsiyasi.

16. Endoeffekt deb qanday effektga aytiladi?

- A. Moddaning og'irligini o'zgartirmaydigan effekt.
- B. Issiqlik chiqishi bilan kechadigan effektlar.
- C. Issiqlik yutilishi bilan kechadigan effektlar.
- D. Issiqlik bilan bog'liq bo'lmagan effektlar.
- E. Issiqlik bilan bog'liq bo'lmagan pyzeoeffektlar.

17. Endoeffekt qaysi kimyoviy xolatlarda paydo bo'ladi?

- A. Moddalarning parchalanish jarayonida.
- B. Adsorbsiya va absorbsiya jarayonlarida.
- C. Oksidlanish jarayonlarida.
- D. Kristallar yiriklashish jarayonida.
- E. Monotrop polimorf o'zgarishlar jarayonida.

18. Kaolin minerali 550-610 grad. C da parchalanganida qanday effekt paydo bo'ladi?

- A. Bir vaqtda endo effekt va ekzoeffekt.
- B. Endoeffekt.
- C. Nur effekti.
- D. Ekzoeffekt.
- E. Pyzeoeffekt.

19. Termografiya usulida preparatlar qanday tayyorlanadi?

- A. Namunadan yarim shaffof shlif tayyorlash va termogrammasini olish.

- B. Namunani uzoq muddat davomida qizdirish va keyin maydalash.
- C. Namunani xo‘l va quruq usulda maydalash, uni DRON apparatga joylashtirish.
- D. Namunadan yarim shaffof shlif tayyorlash va rentgenogrammasini olish.
- E. Uzoq muddatli maydalash, ustiga absolyut spirt quyib 10-20 soat saqlash, suvsizlantirish.

20. Kvars shisha amorf xolatidan kristall holatiga o‘tish vaqtida qanday effekt sodir bo‘ladi?

- A. Ekzoeffekt.
- B. Bir vaqtda endo effekt va ekzoeffekt.
- C. Nur effekti.
- D. Pyezoeffekt.
- E. Nurlanish effekti.

IV BOB. SPEKTRAL TAHLIL USULLARI.

15-§. Spektral tahlil tushunchasi

15.1. Spektral taxlil usullari.

Moddalarning kimyoviy tarkibini ularning optikaviy spektri bo'yicha aniqlash usuli spektral tahlil deb ataladi.

Spektral tahlil turlari yuqori temperatura ta'sirida kuzatilgan atomlarning o'zidan nur chiqarish intensivligini o'lchashga asoslangan. Keyingi vaqtlarda spektral tahlil usullari xalq xo'jaligining ko'pgina tarmoqlarida, shu jumladan, kimyo, metallurgiya, mashinasozlik, qurilish, farmasevtika, oziq-ovqat sanoatlari korxonalarida shisha, stement, keramika, mineral o'g'itlar, turli shlaklar va boshqa noorganik moddalar, turli organik va noorganik hom ashyo va maxsulotlarning tezkor holatda tarkibini aniqlashda keng qo'llanilmoqda.

15.2. Spektral tahlil usuli tarixi.

Spektral chiziqlardagi qora rangdagi chiziqlar paydo bo'lishi 19 asrda olimlarni e'tiborini o'ziga tortgan. 1814 yilda Jozef Fraunxofer tomonidan ilk bora ushbu hodisa o'rganilib, 574 chiziqdan iborat spektrlar jadvali tuzilgan.

1859 yilda G.Kirxoff va R.Bunzen bir qator tajribalardan so'ng har bir kimyoviy element o'ziga xos chiziqli spektrga egaligini aniqlashdi. Jismlarning spektridan foydalanib, ularning kimyoviy va element tarkibi to'g'risida xulosa chiqarishimiz mumkinligi, hamda uzoq masofada joylashgan yulduz va sayyoralarni spektral tahlil asosida kimyoviy tarkibini uzoq masofadan turib aniqlash imkoniyatini berdi.

Moddaning spektrida har bir chiziqning tabiati va joylashishi uning tarkibidagi kimyoviy elementlar bilan o'zaro bogliqligi asta-sekin aniqlandi. **1860 yilda Kirxxof va Bunzen spektral analiz yordamida Seziy elementi va 1861 yilda Rubidiyni kashf etdilar.** Shuningdek, 1861 yilda Uilyam Krokes **Talli**ning spektral chiziqlarini aniqladi. Spektral tahlil yordamida **Geliy** elementi ilgari Quyoshda kashf qilindi va 27 yil keyin esa yer atmosferasida borligi aniqlandi (1868 yilda-Quyoshda va 1895- yerda aniqlandi).

1861-1923 yillarda spektral tahlil yordamida 25 element, 1932 yilda deuteriy ochildi. Spektral tahlilning yuqori sezuvchanligi va kam massali namunalardagi ko'plab elementlarni aniqlash qobiliyati ushbu usulni ob'ektlarning element tarkibini sifatli tahlil qilish uchun samarali usul sifatida rivojlanishiga olib keldi.

1926 yilda nemis fizik V. Gerlax miqdoriy spektral tahlil usuliga asos yaratdi.

14.3. Spektral tahlil turlari.

Spektral tahlil sifat va miqdoriy analizning boshqa usullariga nisbatan qator afzalliklari bor. Masalan, bu usulda juda kam miqdordagi moddalarni tez aniqlash mumkin, ishlatiladigan apparatlar universal, arzon va moddalarning sifat hamda miqdoriy tarkibi haqidagi ma'lumot diagramma, spektr holida olinadi. Foydalanilayotgan spektrning xarakteri (nur chiqarish, nurni yutish yoki uni tarqatish)ga qarab spektral analiz bir necha turga bo'linadi. Quyida spektral analiz turlarini qisqacha xarakterlab o'tamiz.

Emission spektral tahlil — bu usul nurlanuvchi moddalardan chiqayotgan nurlarning spektrini o'rganishga asoslangan.

Adsorbtsion spektral tahlil - moddalarning yutilish spektrlarining o'rganishga asoslangan.

Moddalar tarkibini kombinatsion spektral tahlil qilish simob lampasi bilan yoritilgan moddadan o'tgan yorug'lik nurini o'rganishga asoslangan.

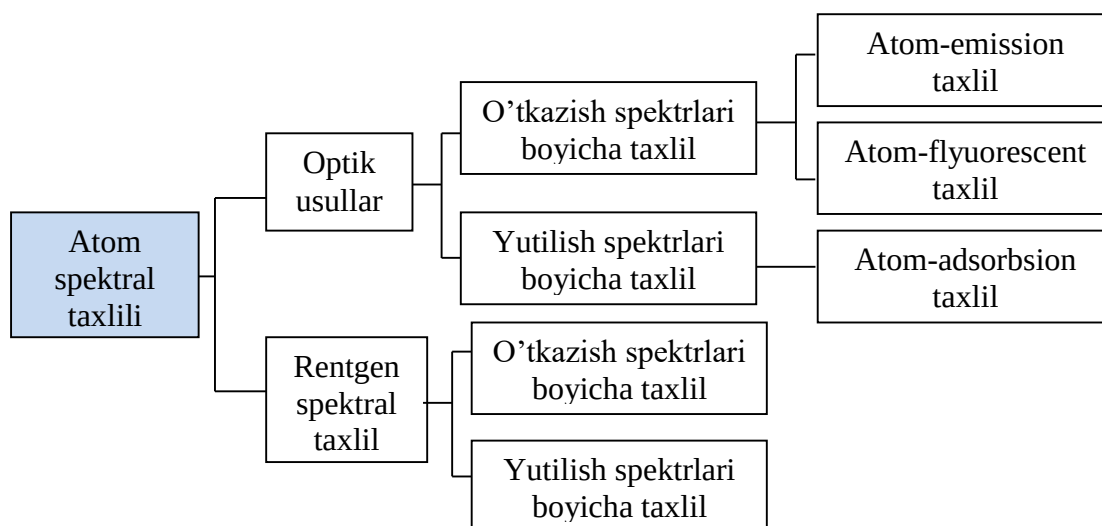
Tahlil qilish ob'ektlari asosida spektral tahlil usullarini yana bir klassifikatsiyasi mavjud.

Spektral analizning har bir usuli bilan batafsilroq tanishib chiqamiz.

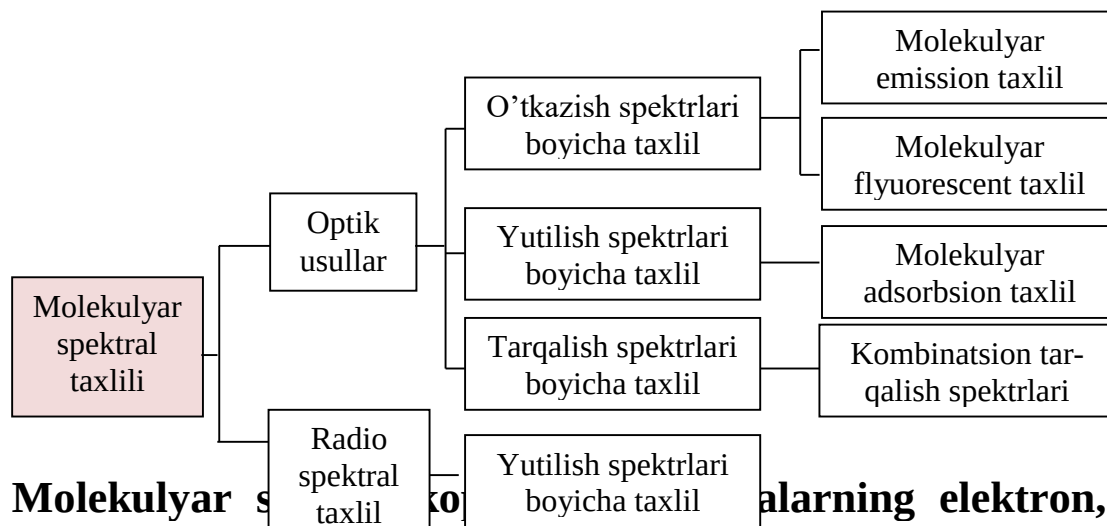
Atom spektroskopiyasi - atom orbitalarida elektronlar holati orasidagi energiya o'tishini o'rganish:

- ✓ Atomni yutish spektroskopiyasi
- ✓ Atom emissiya spektroskopiyasi
- ✓ Atom lyuminestsentsiyasi

Atom spektral tahlil turlari



Molekulyar spektral tahlil turlari



Molekulyar spektral tahlil ko'rinadigan va aylanadigan energiya darajasi orasidagi energiya o'tishini o'rganish:

- ✓ Infraqizil spektroskopiya
- ✓ Mass spektrometriya
- ✓ Mossbauer spektroskopiya
- ✓ Mikroto'lqinli spektroskopiya
- ✓ Molekulyar elektron spektroskopiya
- ✓ Ko'rinadigan to'lqin uzunligidagi optik spektroskopiya
- ✓ Rentgen spektroskopiya
- ✓ Teraherts spektroskopiya
- ✓ Ultrabinafsha spektroskopiya
- ✓ Fotoelektron spektroskopiya
- ✓ Raman spektroskopiya
- ✓ Elektron paramagnitik rezonans
- ✓ Yadro magnit rezonans spektroskopiya

16-§. Atom emission spektroskopik taxlil (AES).

16.1. Emission spektral tahlil tushinchasi.

Moddalarning tarkibi va tuzilishiga bog'liq holda 2 hil turdagi spektr turlari hosil bolishi mumkin: doimiy (uzluksiz) va diskret (96-rasm). Uzluksiz spektr ranglarning (energiyalarning) doimiy diapazoni bo'lgan nurdan iborat. Diskret spektrlar bilan yorug'lik juda aniq ranglarning (energiyalarning) qorong'i yoki yorqin chiziqlaridan iborat

bo'ladi. Yorqin tasma (chiziq)larga ega bo'lgan diskret spektrlar **emissiya spektrlari** deb ataladi va qora chiziqlarga ega bo'lgan spektralr – absorbsiya spektrlari deb nomlanadi.

Uzluksiz spektrlar:

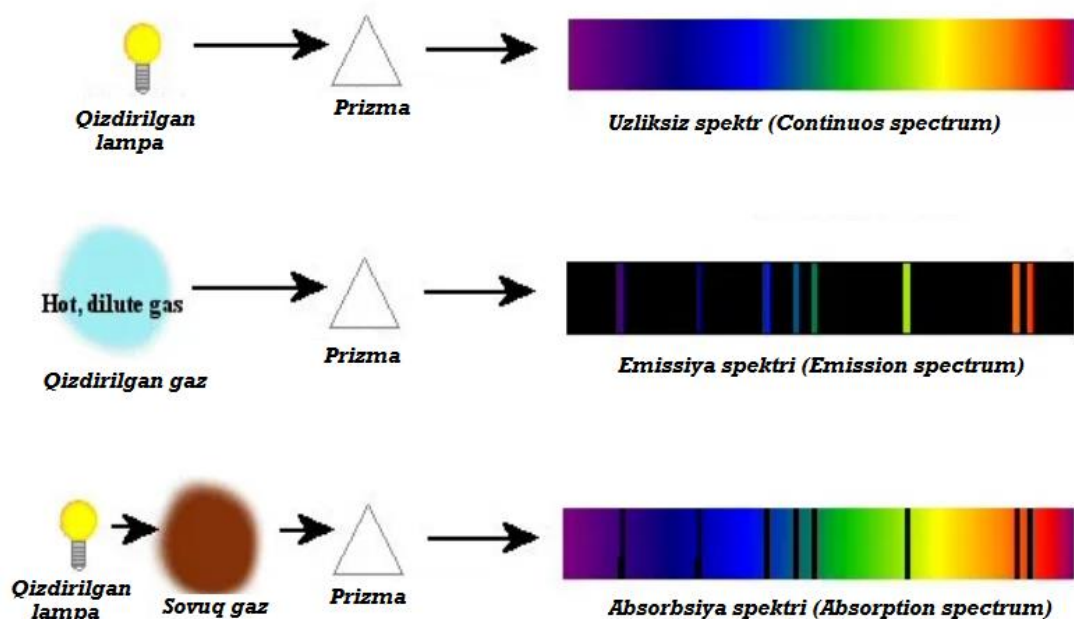
Uzluksiz spektrlar qizdirilgan yuqori zichlikdagi gazlar yoki qattiq jismlardan hosil bo'ladi, ular qizdirilganda yorug'lik nurlari tarqaladi. Ushbu ob'ektlar to'lqin uzunliklarining keng spektrida yorug'lik hosil qiladi, shuning uchun spektr "doimiy" bo'lib ko'rinadi. Misol tariqasida, yulduzlar odatda doimiy spektrda yorug'lik chiqaradi, lekin har doim ham emas. Boshqa misollar sifatida yorug'lik lampochkalari, elektr pechlar isitgichlari, alangalar va insonlar. Insonlar ham doimiy spektrni chiqaradi, lekin infraqizil to'lqin uzunliklarida, shuning uchun u sizning ko'zingizga ko'rinmaydi.

Diskret spektrlar:

Diskret spektrlar atomlar tomonidan hosil qilinadigan spektrlar hisoblanadi. Diskret spektrlarning ikki shakli mavjud: emissiya (yorqin chiziqli) va absorbsiya-yutilish (qora chiziqli) spektrlari.

Emissiya spektrlari:

Haroratni o'zgartirib har qanday energiyaga ega bo'lishi mumkin bo'lgan doimiy spektrdan farqli o'laroq, yadrolarni o'rab turgan elektron buluti faqat "o'ziga xos, diskret energiya paketlari" yoki kvantlarga ega bo'lishi mumkin. Davriy jadvaldagi har bir element o'ziga xos energiya to'plamiga ega, bu esa juda aniq va identifikatsiyasi oson bolgan ko'rsatkich hisoblanadi. **Atom emission spektral analizda** tekshirilayotgan modda gaz holatiga o'tkaziladi. Bu gazga biron nur ta'sir ettirilganda u nurlanadi. Gazning nurlanish spektri yozib olinadi va spektrlardagi chiziqlarning soni, ularni joylashish holatiga qarab tekshirilayotgan modda tarkibiga qanday elementlar mavjudligi (sifat analizi) aniqlanadi.



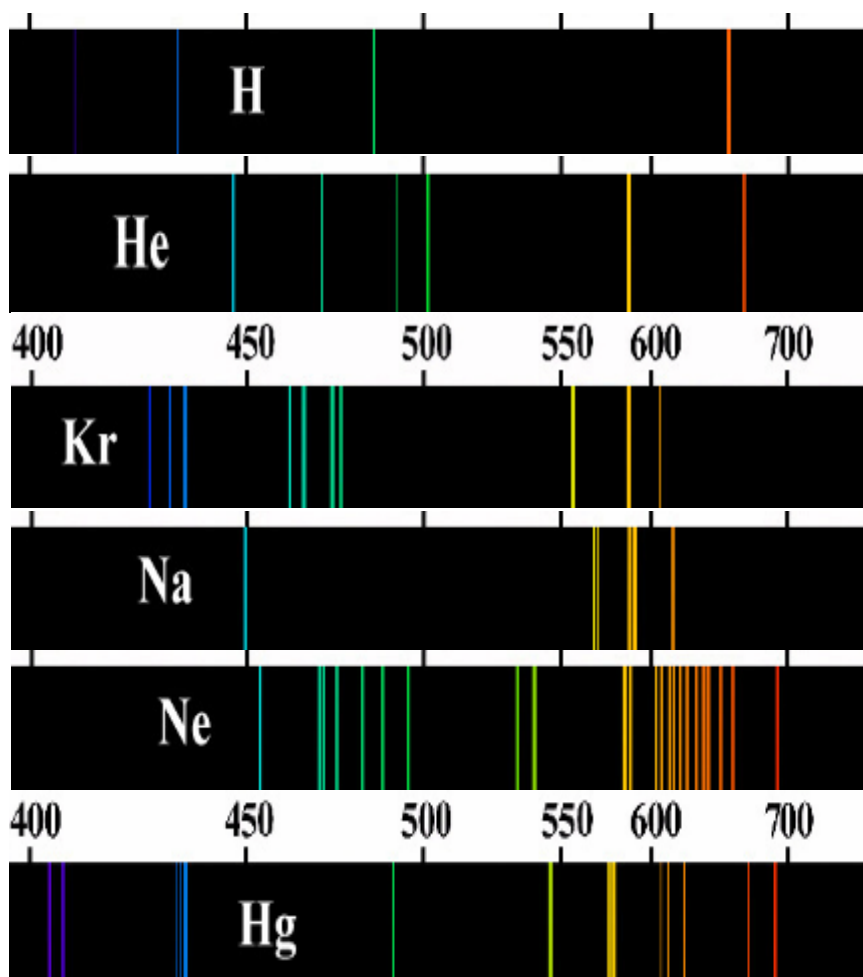
96-rasm. Turli spektrlarni hosil qilish usullari.

Har bir kimyoviy elementning atomlari qat'iy belgilangan rezonans chastotalariga ega (85-rasm), buning natijasida ular aynan ushbu chastotalarda yorug'lik chiqaradi yoki yutadi.

Spektrda rangli chiziqlar paydo bo'lishi atomdagi pastki energiya pog'onasida joylashgan elektronlari yo'rug'lik manbaidan tushgan nurlanish ta'siri ostida ma'lum bir uzunlikdagi yorug'lik to'lqinlarini yutib yutishi va darhol yuqori pog'onaga ko'tarilishi bilan bog'liq. Shundan so'ng avvalgi pog'onaga qaytib, xuddi shu uzunlikdagi to'lqinlarni o'zidan chiqaradi. Ushbu yo'naltirilgan nurlanish spektrda qora chiziqlarni mos ravishda paydo bo'lishiga olib keladi. Ushbu chiziqlarning to'lqin uzunliklari har bir modda uchun farq qiladi va modda atomidagi elektron energiya pog'onalarining energiya farqi bilan ifodalanadi.

Muayyan modda uchun bunday chiziqlar soni energiya darajalari orasidagi elektron o'tishning mumkin bo'lgan singulyar (yakka) variantlarining soniga teng (97- rasm). Masalan, ma'lum bir moddaning atomlarida elektronlar ikki pog'onada joylashgan bo'lsa, faqatgina bitta energetik o'tish mumkin bo'ladi - elektronlar ichki pog'onadan tashqi pog'onaga (va aksincha) o'tadi, demak bu modda spektrogrammasida bitta qorong'u chiziq hosil bo'ladi. Agar uchta elektron energiya pog'onasi mavjud bo'lsa, unda uchta mumkin bo'lgan o'tish variantlari

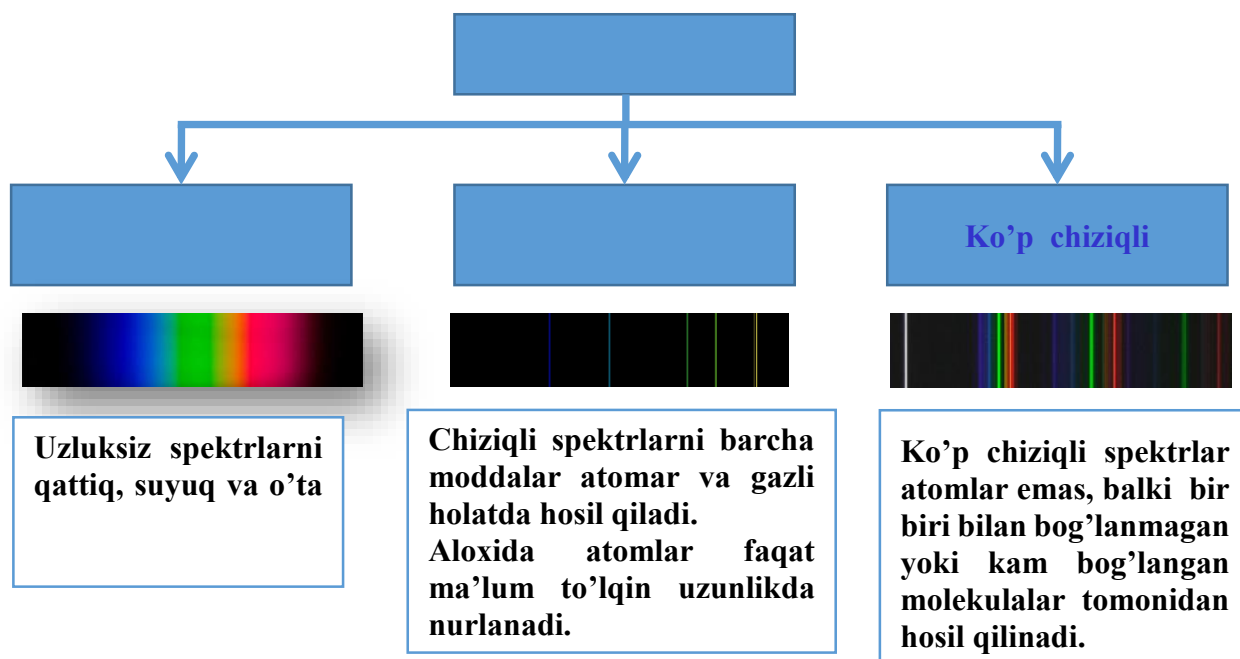
mavjud (1-2, 2-3, 1-3 pog'onalar o'rtasida), demak spektrogrammada uchta qorong'i chiziq paydo bo'ladi.



97-rasm. Ba'zi kimyoviy elementlarning atom emission spektrlari.

Chiziqlarning intensivligi moddaning miqdori va uning holatiga bog'liq (98-rasm). Miqdoriy spektral tahlilda tekshirilayotgan moddaning tarkibi spektrdagi chiziqlar yoki chiziqlar nisbiy yoki mutlaq intensivligi bilan belgilanadi.

Optik spektral tahlil bajarilishning nisbiy soddaligi, tahlil qilish uchun namunalarni kompleks tayyorlash zarur bo'lmaganligi va tahlil qilish uchun oz miqdorda namuna kerakligi (10-30 mg oralig'ida) bilan boshqa tahlil usullaridan farqlanadi.



98-rasm. Spektrlar turlari.

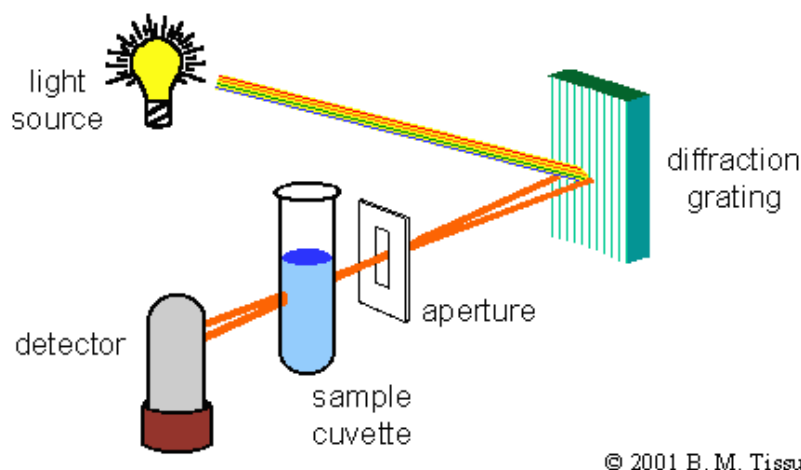
17-§. Sifat va miqdoriy spektral tahlil.

Emission atom spektrlari (assimilyatsiya yoki emissiya) namu-nani 1000-10000 °C ga qizdirish orqali moddani bug' holatiga o'tkazish orqali olinadi.

Spektr qo'zg'atuvchilar sifatida alanga, elektr yoyi, uchqun, impuls, elektr vakuum razryadi va boshqalardan foydalaniladi (99-rasm).

Tekshirilayotgan moddaning spektr chiziqlari initensivligini etalon modda spektrining intensivligi bilan solishtirib, tekshirilayotgan elementning miqdori aniqlanadi (miqdoriy analiz).

O'rganilayotgan moddalarning spektrini olish (qo'zg'atish) uchun ular avvalo yuqori temperaturali muhitga, kuchli elektr maydoniga yoki ham yuqori temperatura, ham kuchli elektr maydonli muhitga kiritiladi. Yuqori temperatura suyuq va qattiq moddani gaz xolatiga o'tkazish uchun zarur. Bu holatda katta tezlikda xarakatlanayotgan atom va zarrachalar bir-biriga urilib, o'zaro energiya almashinadi. Elektr maydon esa zarrachalar harakatini tezlashtirish uchun xizmat qiladi.



99-rasm. Spektroskopiya usulining prinsipial sxemasi.

17.1. Atom emission tahlil.

Atom emission spektral tahlil quyidagi asosiy jarayonlardan iborat:

- 1) tahlil qilinadigan materialning o'rtacha probasini tanlash va tayyorlash;
- 2) namunani nurlanish manbasiga kiritish, bunda qattiq va suyuq namunalarning bug'lanishi, aralashmalarning parchalanishi va atom va ionlarning qo'zg'alishi kuzatiladi;
- 3) ularning nurlanishini spektrga aylantirish va uni spektral asbob (spektrometr) yordamida (yoki vizual kuzatish) tasvir hosil qilish;
- 4) elementlarning spektr chiziqlari jadvallari va atlaslari yordamida olingan spektrlarni o'rganish.

Bu bosqichda **sifat atom emission spektral analiz** tugaydi. Elementning minimal kontsentratsiyasini aniqlashda spektrda saqlanadigan eng sezgir ("oxirgi" deb nomlangan) chiziqlarni aniqlash maqsadga muvofiq. Spektrlarni hosil qilish uchun mikroskoplar, komparatorlar, spektroprojektorlar qo'llaniladi. Sifatli tahlil qilish uchun aniqlanadigan elementlarning analitik chiziqlarining mavjudligini yoki yo'qligini aniqlash etarli. Vizual tahlil qilishda chiziqlarning yorqinlik darajasi asosida namunadagi ba'zi elementlarning tarkibini taxminan aniqlash mumkin.

17.2. Ichki standartlar usuli.

Miqdoriy atom emission spektral tahlil namuna spektridagi ikkita spektral chiziqlarning intensivligini taqqoslash orqali amalga oshiriladi, ulardan biri aniqlanayotgan elementga, ikkinchisi (**Taqqoslash chizig'i**) namunaning asosiy elementiga, konsentratsiyasi ma'lum bo'lgan yoki ma'lum konsentratsiyada maxsus kiritilgan elementga (**"Ichki standart"**) taqqoslash orqali amalga oshiriladi.

Miqdoriy atom emission spektral tahlil aniqlanayotgan elementning konsentratsiya (c) qoshimchani chiziq intensivligi (I_1) va taqqoslash chizig'ining (I_2) intensivlik nisbati bilan bog'laydigan munosabatlarga asoslanadi:

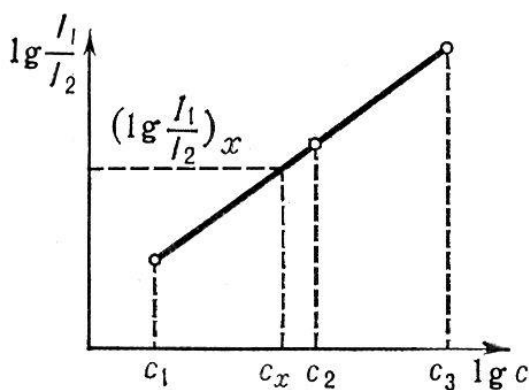
$$I_1 / I_2 = ac^b$$

bu erda: c - elementning namunadagi konsentratsiyasi,
 I_1 - qoshimchani chiziq intensivligi; I_2 - taqqoslash chizig'i intensivligi;

a va b - konstantalar, empirik ravishda aniqlanadi. Yoki

$$\lg(I_1 / I_2) = b \lg c + \lg a.$$

Kamida 3ta standart namunalardan foydalanib, $\lg(I_1 / I_2)$ ni $\lg c$ ga bog'laqlik grafigini (graduirovka grafiigi) qurish mumkin (graduirovka egrisi, 100-rasm) va ushbu grafik asosida a va b korsatkichlarini aniqlash mumkin. I_1 va I_2 qiymatlarini to'g'ridan-to'g'ri foto-elektrik registrator yoki fotometrik usulda (qorayish zichligini o'lchash) yozib olinishi mumkin. Fotometriya mikrofotometrlarda amalga oshiriladi.



100-rasm. Fotometriyada element konsentratsiyasini aniqlash graduirovka grafiigi.

Namunani qo'zg'atish manbaiga kiritishning bir necha usullari mavjud. Gazsimon modda ichiga elektrodlar joylashtirilgan shisha

naylarda tekshiriladi. Suyuq moddalar havo oqimi yordamida aerosol holida alangaga purkaladi. Qattiq moddalar ko'mir elektrodlaridagi mahsus o'yiqlarga solinadi, elektr yoyiga kiritiladi yoki ularni presslab elektrodlar tayyorlanadi. Qattiq va suyuq holdagi moddalarni avval bug' holiga keltirish kerak, shunda nurlanishi chiziqli spektrlari hosil bo'ladi.

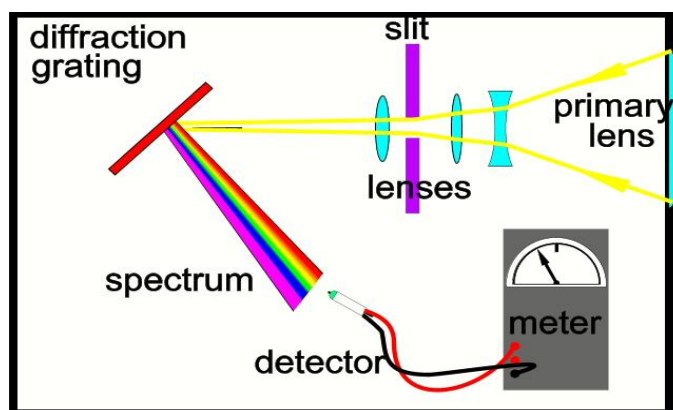
17.3. Spektroskop va spektrograflar.



101-rasm. “SPAS” emission spektrometri .

Emission spektral analizda asosan ISP 22, ISP 28, ISP 51, KS 55, KSA 1, DFS 8, SPAS va boshqa markali spektroskoplardan (101- rasm) foydalaniladi. Bunda spektrlarni kuzatish uchun, asosan spektroskoplar, ularni rasmini olish uchun esa spektrograflardan foydalaniladi. Spektrlarni kuzatish va sifat hamda yarim miqdoriy analiz qilish uchun stiloskoplar ishlatiladi. SL 10 va SL 11 markali stiloskoplar eng takomillashgan asboblari hisoblanadi. Spektrlar uch xil usulda kuzatiladi va yozib olinadi:

- ✓ Oddiy kuzatish (spektrning ko'rinadigan to'lqin sohasida);
- ✓ Fotografiya (ko'rinadigan, ultrabinafsha va unga yaqin to'lqin uzunliklari-dagi soha);
- ✓ Fotografiya yoki termoelektriya (spektrning infraqizil nurlar to'lqin uzunligi sohasida).



102-rasm. Oddiy spektrometrning ishlash prinsipi.

Moddalarni spektrlar yordamida sifat analiz qilishda tekshirilayotgan modda etalon spektr chiziqlari bilan solishtirib ko'riladi (102-rasm).

Miqdoriy spektral analizi tegishli spektr chiziqlarining intensivligini mikrofotometrlar yordamida baxolashga asoslangan. Spektr chiziqlari intensivligining element miqdoriga bog'liqligi quyidagi formula bilan ifodalanadi:

$$I = \alpha C^v$$

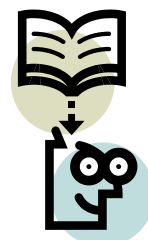
Bu erda I -spektr chiziqlarining intensivligi; α -o'zgarmas kattalik u spektrning turiga (uchqun, yoy chizig'i va boshqalar) nurlatish va diffuziya tezliklariga bog'liq; C -tekshirilayotgan elementning namunadagi konsentratsiyasi; v - darajalash grafigi tegishli qismining qiyaligi.

Kimyoviy spektral analizning kam vaqt talab qilishi uning asosiy afzalliklaridan biridir. Spektral analiz ma'lumotlarining aniqlik darajasi moddalarning konsentratsiyasiga bog'liq bo'lib, tekshirilayotgan namunada aniqlanayotgan elementning konsentratsiyasi ortishi bilan aniqlik darajasi kamayib boradi. Silikat materiallar spektral analiz uchun qiyin ob'ekt hisoblanadi. Bug'lanish temperaturasi yuqoriligi, tekshirilayotgan namunadagi komponentlarning har xil temperaturada uchib chiqib turishi bu moddalarni spektral analiz qilishni ancha qiyinlashtiradi.

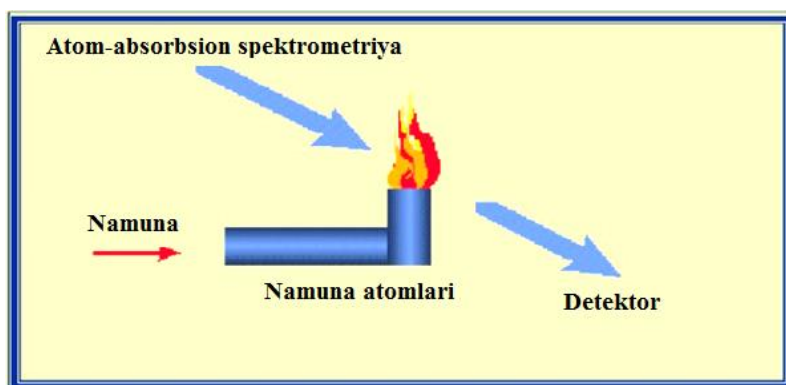
18-§. Atom-absorbsion spektrometriya (AAS) asoslari.

18.1. Atom-absorbsion spektrometriya (AAS) usuli fizikaviy asosi.

Atom-absorbsion spektrometriya (AAS) usuli – gazlar atomlari bilan ultrabinafsha yoki yo’rug’lik nurlarni yutilish hodisasini o’rganishga asoslangan.



Atom-absorbsion spektroskopiya – atomlarning yutilish spektrlari asosida 70dan ko’p elementlarni miqdoriy tahlilini bajarishga imkon beradigan zamonaviy spektral tahlil usuli. Bu tahlil usuli kimyo, metallurgiya, geologiya, ekologiya sohalarida og’ir va engil metallarni suyuq probalarda aniqlash uchun keng qo’llaniladi¹¹. Moddani gazli holatga o’tkazish uchun uni alanga ichiga purkaladi (103-rasm). Yo’rug’lik nurlanish manbasi sifatida o’rganilayotgan metallardan tayyorlangan ichi bo’shliq katodli lampalardan foydalaniladi. Nurlanish manbasi chiqarayotgan nurlarning spektral diapazoni, hamda ushbu elementni alangada yutilish spektri juda tor sohani tashkil qiladi, shuning uchun boshqa elementlarning yutilishi tahlil natijalariga deyarli ta’sir etmaydi.



103-rasm. Atom-absorbsion usulining fizik asosi.

Atom-absorbsion spektrometriyani alanga-emission spektrometriyadan asosiy farqi: emission usulda qo’zg’atilgan holatdagi atomlarning nurlanish energiyasi o’lchanadi; atom-absorbsion usulda esa alangada neytral qo’zg’atilmagan atomlar (bunday atomlar qo’zg’atilgan atomlar sonidan ancha ko’p bo’ladi) tomonidan yutilgan energiyani o’lchashga asoslangan. Bu esa AAS usulining qiyin qo’zg’atiladigan (qo’zg’atilish energiyasi yuqori bo’lgan) elementlar tahlilida yuqori sezuvchanligini ta’minlaydi (104-rasm).

¹¹ Пупышев А.А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. — М.: Техносфера, 2009. — С. 19—26, 86. — 784 с.

104-rasm. AAS usulida aniqlanadigan elementlar.

AAS spektrometri lampalar to'plami bilan jihozlanadi, har bir lampa ma'lum bir elementni aniqlash uchun qo'llaniladi.

18.2. Atom-absorbsion spektrometriya (AAS) usuli tarixi.

Spektral tahlil usulini rivojlanishga XIX asr boshlarida Quyosh spektrini o'rganish boyicha tadqiqotlar olib borgan ingliz olimlari **Yuliam Volaston** va **germaniyalik Iosif Fraunhofer** katta hissa qo'shgan. 1859-1861 yillarda Robert Bunzen va Gustav Kirxgoff tomonidan qizdirilgan gazlarning yutilish va nurlanish spektrlari ularning kimyoviy tarkibiga bog'liqligi aniqlangan. Bu tadqiqotlar davomida keyingi yillarda turli moddalarning va agregat holatlari uchun atomlar emissiyasi asosida elementlarni sifat va miqdoriy tahlillari bajarilgan.

Atomlarning yutilish spektrlarini o'rganish asosida 1930-1940 yillarda yulduzlarning tarkibini aniqlash, hamda turli namuna va honalarda simob miqdorini tekshirish uchun foydalanilgan, lekin bu usullar kerakli o'lchash uskunalari va uslublari mavjud bo'lmaganligi sababli keng qo'llanilmagan.

1955 yilda fizik Alan Uolsh tomonidan amaliy jihatdan oson bo'lgan atom absorbsiyasini o'lchash usuli taklif etilgan. Bu usul AAS usulining tez rivojlanishiga olib kelgan. Alan Uolsh tomonidan eritmalaridagi elementlarni aniqlash uchun ularni asetilen-havo alangasiga purkash va maxsus selektiv lampalardan tushgan yo'rug'ikni yutilish

spektrlarini or'ganish asos qilib olingan. Moddani gaz holatiga o'tkazish uchun atomizator xizmat qiladi. 1962 yilda Alan Uolsh tomonidan yaratilgan firma Techron birinchi atom-absorbsion spektrometr AA-2 ishlab chiqaradi. Birinchi spektrometrlarda atomizator sifatida alanga, zamonaviy spektrometrlarda esa – grafitli pech xizmat qiladi.

AAS usulining asosiy qonuni – Buger-Lambert-Beer qonuni elementni tabiati va konsentrasiyasini, usulda aniqlanayotgan optik zichlik bilan bog'lanishini ko'rsatadi. Bu qonun absorbsiya jarayonlarining asosiy qonuniyati hisoblanadi. AAS usulida analitik signal sifatida optik zichlik (A) o'lchanadi. Bu solishtirish moddadan o'tgan monoxromatik nurni intensivligi (I_0) ning o'rganilayotgan moddadan o'tgan nur intensivligi (I)ga nisbati logarifmi hisoblanadi:

$$A = \lg \frac{I_0}{I} \quad (1)$$

Optik zichlik – boshlangich nurlanish intensivligiga bog'liq bo'lmagan, lekin ushbu to'lqin uzunligida nur yutuvchi zarrachalar tabiati va konsentrasiyasi, hamda kyuvetadagi yutilish qatlami qalinligiga bog'liq ko'rsatkich hisoblanadi. Ushbu korsatkichlarni bog'liqligi Buger-Lambert-Beer qonuni (1) bilan ifodalanadi.

Buger-Lambert-Beer qonuniga asosan ma'lum to'lqin uzunligida o'lchangan eritmaning optik zichligi, ushbu to'lqin uzunlikda yutayotgan eritilgan moddani konsentrasiyasiga va eritma qalinligiga to'g'ri proporsional :

$$A = k l C \quad (2)$$

Yutayotgan zarrachalar miqdori (C) mol/l, (l) qatlam qalinligi – sm ifodalanadi; k - bu yutilish koeffisienti hisoblanadi, uning miqdori to'lqin uzunligi, tabiatiga bog'liq bo'ladi¹².

18.3. Usulning afzalligi, kamchiligi va qo'llanilish imkoniyatlari.

Atom-absorbsion spektrometrlar.

AAS usulining apparatlari – atom-absorbsion spektrometrlar hisoblanadi.

¹² И.Ю. Пархоменко, В.Л. Таусон, В.И. Меньшиков Термическая атомно-абсорбционная спектроскопия как метод диагностики форм нахождения тяжелых металлов в объектах окружающей среды и минералах

Atom-absorsion spektrometriya tahlili gaz holatida atomlar tomonidan ultrabinafsha yoki ko'zga ko'rinadigan nurlanishni tanlab yutilishiga asoslangan. Namunani gazsimon atom holatiga o'tkazish uchun ikki xil atomizatsiya moslamalari ishlatiladi - alangali va elektrotermik.

Nurlanish manbai sifatida odatda aniqlanadigan metallardan yasalgan ichi bo'sh katodli lampa ishlatiladi.

Atom-absorsion spektrometr - zamonaviy, yuqori unumdorlik va aniqlikda ishlaydigan asbob bo'lib, namunadagi 70 ta elementni massaning 10^{-4} - 10^{-9} % oralig'ida sezgirlik bilan tahlil qilishga imkon beradi. Ushbu turdagi tahlilning kamchiliklari - yonuvchan gazlardan foydalanish zarurati, namunadagi bir nechta elementlarni bir vaqtning o'zida aniqlash mumkin emasligi¹³.

Hozirgi vaqtda dunyo bo'yicha turli firmalar tomonidan ishlab chiqarilgan atom-absorsion spektrometrlarning bir nechta modifikatsiyalari ma'lum: - Spekt-5M: asbobning spektr diapazoni 190 dan 800 nm gacha, bitta namunani o'lchash vaqti 1 minut; QUANT-AFA, "QUANTUM - Z. ETA", "MGA - 915"; AAnalyst-400 (Perkin-Elmer, AQSh) va b.

Hozirgi vaqtda atom-absorsion spektrometrlar eng ko'p qo'llaniladigan, samarali, tezkor, aniq va shu bilan birga nisbatan arzon (7-15 ming dollar) analitik apparat hisoblanadi¹⁴.

Atom-absorsion spektrometrning asosiy elementlari:

- ✓ Yorug'lik manbai - analitik xarakterli tor spektral chiziq chiqarishuvchi lampa;
- ✓ Atomizator - berilgan moddani atom bug'iga aylantirish uchun;
- ✓ Spektral qurilma - analitik assimilyatsiya signalini aniqlash, kuchaytirish va qayta ishlash uchun zarur bo'lgan moddaning xarakterli analitik chizig'ini va elektron tizimni ajratish uchun qurilma.

Namunadagi elementning tarkibi analitik signal (assimilyatsiya, optik zichlik) va taqqoslash namunasida elementning kontsentratsiyasi

¹³ <http://7universum.com/ru/tech/archive/item/6947>. Исследование ингибирование коррозии стали 20 в 1М растворах H₂SO₄, исследованных методом атомно-абсорбционной спектрометрии. 2019. -№ 2 (59).

¹⁴ <http://www.vitas.kz/atomabs.htm>

o'rtasida eksperimental ravishda o'rnatilgan funktsional bog'liqlik (kalibrlash funksiyasi) yordamida aniqlanadi. Kalibrlash funksiyasi matematik formula yoki grafik bo'lishi mumkin [3].

Nurlanish manbai

Atom-absorsion spektrometrdan ishlatiladigan nurlanish manbalariga qo'yiladigan asosiy talablar: ularning tor to'lqin uzunligi, chastota va intensivlikning yuqori barqarorligi, rezonans chiziqlarining yuqori intensivligi, shovqinning past darajasi, doimiy fon nurlanishining yo'qligi, rezonans chizig'ida spektral qoplamalarning yo'qligi va uning ahamiyatsiz o'zini o'zi singdirishi, tahlil tezkorligi va nurli lampani minimal hajmi (qurilmani tor tahlil zonalariga yo'naltirish uchun).

Yorug'lik manbalarining bir nechta turlari mavjud.

Eng ko'p ishlatiladigan lampalar :

- ✓ **ichi bo'sh katodli lampa,**
- ✓ **elektrodsiz lampalar,**
- ✓ **sozlanadigan lazerlardir¹⁵.**

Silindr shaklida katodli lampa ichi bo'sh katoddan iborat, uning yonida volfram simi - anod mavjud bo'ladi. Lampaning o'zi inert gaz bilan to'ldirilgan shisha silindrdan iborat bo'ladi. Chiroqning katodlari tahlil paytida aniqlanadigan element yoki uning qotishmasidan qilingan bo'lishi shart. Natijada o'rganilayotgan elementning atomlari tomonidan yutilgan ma'lum to'lqin uzunligidagi yorug'lik chiqariladi. Eng katta to'lqin uzunligi Cs chizig'i bilan aniqlanadi - 852 nm, eng qisqa esa - As chizig'i bilan - 193,7 nm. Bundan qisqa to'lqinlar atmosferadagi kislorod bilan kuchli yutilishi tufayli atom absorpsion spektrometriya tahlilida ishlatilmaydi.



Elektrodsiz lampa ichida yuqori chastotali oqim o'tadigan g'altak yordamida kuchli elektromagnit maydon yaratiladi. Ushbu maydonga o'rganilayotgan moddaning uchuvchi aralashmasi bo'lgan kichik kvarts ampulasi joylashtiriladi. Ishlash printsipti bo'sh katodli chiroq ishlash printsiptiga o'xshaydi. Ushbu turdagi yorug'lik manbasining asosiy kamchiligi, elektr ta'minoti uchun qo'shimcha yuqori chastotali generator zarur bo'ladi.

Sozlanadigan lazerlar 1974 yildan beri nurlanish manbai sifatida foydalanilmoqda. Ularning qo'llanilishi ko'p sonli har hil lampalar

¹⁵ http://www.niic.nsc.ru/phocadownload/dissertacionnyj_sovet/Volzhenin/Dissertation_Volzhenin%20AV.pdf

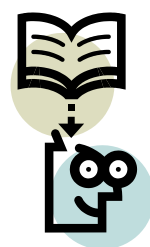
to'plamiga ehtiyoj qoldirmaydi, chunki bitta bunday lazer barcha elementlar uchun ishlatilishi mumkin, lekin bunday lazerlar qimmatligi ularni keng ishlatilishda muammolar tug'diradi.

Atomizator

Atom-absorsion spektrometrdiya tahlil optik diapazonda erkin atomlar tomonidan nurlanishning yutilishiga asoslangan. Valent elektronlari energiyasiga mos keladigan optik diapazonda erkin atomlar va poliatom tuzilishdagi zarrachalar turli xil spektrlarni hosil qiladi. Shuning uchun AAS usulining eng muhim sharti - bu aniqlanayotgan moddani atom bugiga aylantirishdir. Buning uchun yuqori harorat manbai, yani **atomizator** ishlatiladi [9].

Amaliyotda keng qo'llaniladigan ikkita asosiy atomizatsiya usuli mavjud¹⁶:

- ✓ **alangali**
- ✓ **elektrotermik (alangasiz).**



Alangali atomizatsiyada issiqlik manbai sifatida **alanga** qo'llaniladi. Atomizator bu yondiruvchi gazdir, unda yonuvchan gazlar doimiy ravishda oksidlovchi moddalar bilan aralashtiriladi. Atomlanadigan eritma purkagichlar yordamida alangaga kiritiladi.

Atom-absorbsion spektrometriyada keng ishlatiladigan yo'qilg'i gazlar aralashmalari quyidagi tarkibga ega (105-rasm):

- ✓ yoqilg'i gazi - havo: harorat 1500–1800 ° C oralig'ida alanga hosil bo'ladi;
- ✓ atsetilen - havo: 2200–2300 ° C gacha alanga hosil bo'ladi (atsetilen - havo oqimlarining nisbatiga bog'liq);
- ✓ atsetilen - azot oksidi: yuqori harorat alangasi hosil bo'ladi (2900 ° C gacha).

Havo-asetilen alangasi **ishqoriy va ishqorli er metallarini**, shuningdek **Cr, Fe, Co, Ni, Mg, Mo, Sr** va nodir metallarni aniqlash uchun ishlatiladi. Bunda alanga to'lqin uzunligi 200 nm dan yuqori bo'lgan sohada yuqori shaffoflikka ega va 30 dan ortiq elementlarning yuqori atomizatsiya samaradorligini ta'minlaydi. Unda faqat ishqorli metallar qisman ionlangan holatda bo'ladi.

¹⁶ James W. Robinson, Eileen Skelly Frame, George M. Frame II. Undergraduate Instrumental Analysis. — CRC Press, 2014. — C. 441—505. — 1264 c. — [ISBN 9781420061352](https://doi.org/10.1002/9781420061352).



105-rasm. Alangali atomizator bilan ishlash. AAnalyst-400 spektrometri (Perkin-Elmer, AQSh).

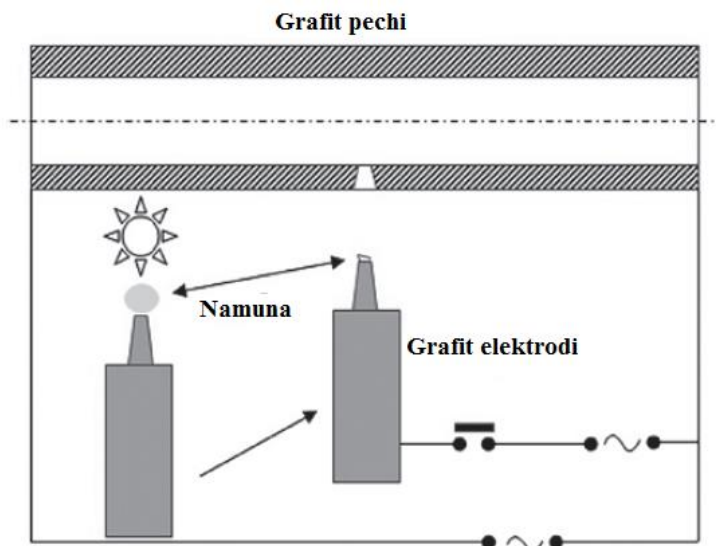


106-rasm. Elektrotermik atomizator bilan ishlash. AAnalyst-400 spektrometri (Perkin-Elmer, AQSh).

Asetilen va azot oksidi (I) N_2O aralashmasi alangasi ancha yuqori haroratga ega, chunki azot oksidi termodinamik jihatdan beqaror birikma hisoblanadi. Olovda u tezda parchalanib, katta miqdordagi qo'shimcha energiya chiqaradi, havo-asetilen aralashmasini yoqishda esa issiqlikning bir qismi azotni olov haroratiga qizdirishga sarflanadi. Atsetilen va N_2O alangasi atom absorbsion tahlilida ishlatiladigan to'lqin uzunligi oralig'ida (190-850 nm) juda shaffofdir. Uning asosiy kamchiliklari kuchli ichki porlash va bir qator elementlarning yuqori darajadagi ionlanishidir. Olovning ushbu ikki turi birgalikda boshqa turdagi gaz aralashmalarini tor bo'lgan sohada qo'llanilsa 70 ga yaqin elementni aniqlashga imkon beradi. Masalan, havo bilan propan alangasi, qoida tariqasida, faqat ishqorli metallarni aniqlash uchun ishlatiladi, hamda Cd, Cu, Ag va Zn aniqlashga imkon beradi.

Elektrotermik atomizatsiya usuli (106-rasm) Boris Lvov tomonidan ishlab chiqilgan, u 1959 yilda birinchi olovsiz atomizator - grafit kyuvetani yaratgan va 1961 yilda uning analitik imkoniyatlari to'g'risida ma'lumotlarni e'lon qilgan. Bu usulda atomizator sifatida katta quvvatli elektr toki bilan isitiladigan grafitli pech (uzunligi 50 mm va ichki diametri 4-5 mm bo'lgan naycha) qo'llanilgan (107-rasm). Aniqlanayotgan modda grafit elektrodining uchiga joylashtiriladi va shu tomchi quriganidan so'ng uning devoridagi konus teshigi orqali oldindan qizdirilgan grafit pechiga yuboriladi. Elektrodning naycha bilan aloqa qilish vaqtida namunali elektrod va yordamchi elektrod o'rtasida kuchli razryad natijasida keskin harorat kotariladi. Natijada pech ichida

moddaning samarali atomizatsiyasi sodir bo'ladi. Grafitning tez yonishini oldini olish uchun naycha inert gaz (yuqori tozalikdagi argon) atmosferasiga joylashtiriladi. Keyinchalik Gans Massman tomonidan grafit pechining konstruksiyasi soddalashtirdi: grafit naychali atomizatori ichki diametri 6 mm va devor qalinligi 1,5 mm, uzunligi 40 mm bo'lgan ochiq silindr bo'lib, atomizatorning markazida aniqlanayotgan modda kiritish uchun teshik joylashtirilgan.



107-rasm. L'vov tomonidan yaratilgan Grafit pechi atomizatori.

L'vov grafit kyuvetasi va Massman pechining asosiy farqi shundaki, L'vov dizaynida modda old elektrodan kerakli haroratgacha qizdirilgan bo'shliqqa bug'lanadi va Massman pechida namuna sovuq trubaga joylashtiriladi, va keyinchalik devorlar qizishi natijasida bug'lanish sodir bo'ladi. 1977 yilda Boris L'vov grafit pechini yanada takomillashtirdi. Uning yangi dizaynida namunalarni pechga bug'lanish platformasida, yani "*L'vov platformasi*" deb nomlangan platformada amalga oshiriladi. Alangasiz atomizatsiya usulida maksimal ish harorati 2600 dan 2700 ° C gacha tashkil etadi¹⁷.

¹⁷ Чегринцев С.Н. Атомно-абсорбционный анализ. — Томск: Изд-во ТПУ, 2014. — С. 12—14, 17—20. — 44 с.

18.4. AAnalyst 200, 400 spektrometrlari (Perkin-Elmer, AQSh).

AAnalyst 200 va 400 atom absorbsion spektrometrlari materiallarning element tarkibini tahlil qilishda yangi standartlarni o'rnatdi. Bu ikki nurli Eshelga ega birinchi seriyali qurilmalar - optik tizim. Grafik interfeys va sensorli ekranga ega bo'lgan o'rnatilgan boshqaruv tizimiga ega bo'lgan AAnalyst 200, atom yutish tushunchasini tubdan o'zgartiradi.



AAnalyst 400 atom-absorbsion spektrometri – alangali (asetilen-havo) va elektrotermik (HGA-900 grafit pechi) atomizatorlar bilan jihozlangan zamonaviy uskuna. Namuna joylashtirish qismi keng va qulay - uning kengligi va chuqurligi 25x25 sm tashkil etadi. Shuning uchun gorelka eki purkagichni almashtirishda muammolar kuzatilmaydi. Gorelkalar osonlikcha almashtiriladi. Inert polimer materialdan yasalgan purkagich kamerasi turli qattiq moddalarni va korrosiyon birikmalarni tahlil qilishga imkon beradi¹⁸. Gaz bloki va xavfsizlik tizimi to'liq avtomatlashtirilgan ravishda ishlaydi.

Zamonaviy AAnalyst 800 spektrometri (108-rasm) (Perkin-Elmer, AQSh) komplekt to'plami va spektrometr asosiy tizimlari korsatkichlari 13-jadvalda keltirilgan.

13-jadval. Zamonaviy AAnalyst 800 spektrometri (Perkin-Elmer, AQSh)

komplekt to'plami

Optik tizimi:	
Fotometr	Bir-nurli – Zeeman grafitli pech uchun; Ikki nurli
Mon-oxromator	Optik diapazon: 190-870 nm, difraksion panjara-1800 chiziq/mm.
Detektor	Keng diapazonli yarim o'tkazgichli qattiq detektor
Lampa avtomatik tizimi	8-lampali ushlagich (ichi bo'sh katodli va elektrodsiz lampalar uchun moslashtirilgan). Lampa tanlovi kompyuter tomonidan bajariladi va boshqariladi.

¹⁸ Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа / Пер. с англ. М.: Мир, 1989.

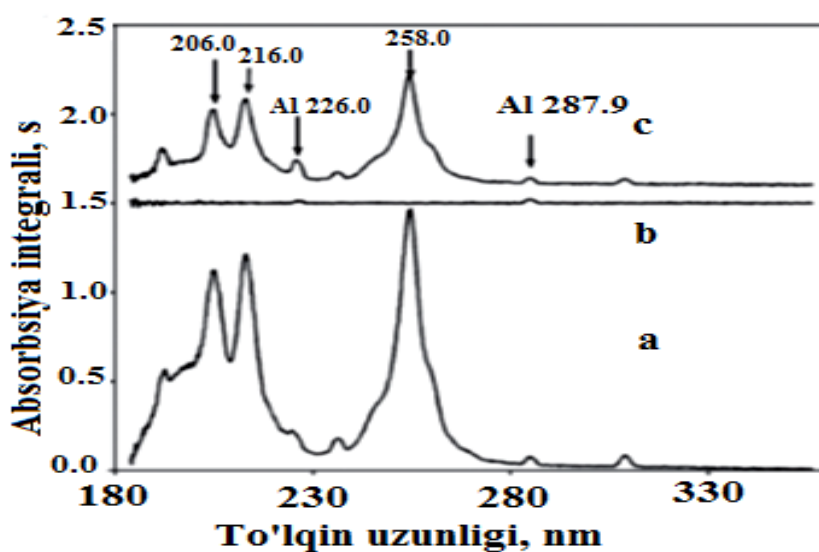
Alanga tizimi	
Gazlar nazorati	Avtomatlashtirilgan. Oksidlovchi va yoqilg'i gaz miqdorlari avtomatik nazorati. Atsetilen-N ₂ O aralashmasi avtomatik yoqish tizimi.
Xavfsizlik	Gorelka va purkagich no'tog'ri o'rnatilganda, gazlar bo'simi va drenaji etarli bo'lmaganda, elektr ta'minot buzilganda alanga tizimi avtomatik ravishda bloklanadi va gazlar toxtatiladi.
Gorelkalar bloki	Alanganing vertikal yoki gorizontaal yonish yo'nalishi avtomatik tarzda amalga oshiriladi, inert purkagich kamerasi, korroziya bardosh purkagich, asetilen-havo aralashmasi uchun titandan gorelka.
Grafit pechi	
Atomizator	THGAtm grafitli pech atomizator. 12 bosqichli harorat boshqarish tizimi. Inert gaz – argon (max. 700 ml/min). Yopiq suvli sovutish tizimi.
Pech uchun avtodoxator	Shtativ – 88 yoki 146 namuna va standartlarni joylashtirish uchun. Namunaning min. hajmi – 0,1 ml. Doxator to'liq kompyuterdan boshqariladi.
Ma'lumotlar to'plash va tahlil qilish tizimi	
Boshqarish tizimi	Spektrometr ishini boshqarish, ma'lumotlar to'plash, tahlil qilish va saqlash uchun toliq kompyuter tizimi - AAWinLab, WinLab32 ES.
O'lchamlari	110 smx 65 sm x 70 sm. Oq'irlik: sovutish tizimi – 18 kg, spektrometr – 187 kg.



108-rasm. AAAnalyst 800 spektrometri (Perkin-Elmer, AQSh)

3. Kalibrlash jadvalining zarur diapazonini o'z ichiga olgan bir qator ishchi kalibrlash eritmaları tayyorlanadi.
4. Atom-absorbsion spektrometrni o'rganilayotgan elementning yutilishi uchun maqbul sharoitda signalni qayd etish uchun tayyorlanadi (o'lchanayotgan elementdan tayyorlangan katod tanlanadi).
5. Atomizatorga aniqlanayotgan eritma kiritiladi, atom bug'ining yutilish qatlami yaratiladi va analitik signal o'lchanadi.
6. Kalibrlash eritmalarini ketma-ket ravishda atomizatorga kiritish orqali kalibrlash xarakteristikasi olinadi (analitik signal va kalibrlash eritmasidagi element konsentratsiyasi o'rtasidagi funktsional bog'liqlik aniqlanadi).
7. Grafikdan foydalanib, o'rganilayotgan elementning namu-naviy eritmada va dastlabki namunadagi konsentratsiyasi aniqlanadi.

Namuna. Alyuminiy nitrididan Al parlarini yutilish spektrlari (110-rasm).

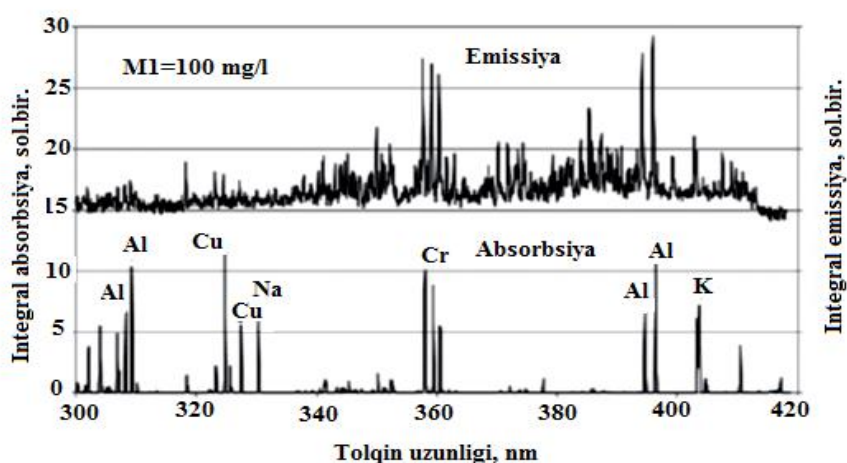


110-rasm. AlNO_3 dan Al parlarini yutilish integral spektrlari.

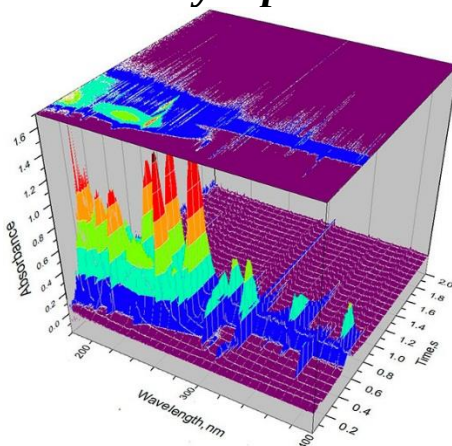
110-rasmida keltirilgan alyuminiy nitrididan Al parlarini yutilish spektrlari (a) – grafit pechida olingan; (b) – 4-5 kuydirish davomida Grafit-Rh pechida; 50 kuydirish 2500 °C da Grafit-Rh pechida. Grafitli pechda alyumiyni yutiilish spektri to'liq yozilgan – 208, 216 va 258 nm to'liq uzunligida yutilish maksimumlari namoyon bo'lgan. Bu spektr al-yuminiy birikmasining 2500 °C da grafit pechida atomizatsiya davomida

hosil bo'lgan alyuminiy atomlari va Al_2O suboksidlariga ta'luqli. Rh bilan inpregnatsiya qilingan yangi grafit pechlarida Al parlari to'liq hosil bo'lmaydi (98 rasm, b) va tahlil uchun ko'p marotaba kuydirish talab etiladi.

Atom –absorbsion tahlilda grafitli pech atomizatorlarda elementlarning emissiyasini ham e'tiborga olish zarur bo'ladi (Cr uchun 357-360nm, Al – 394-396 nm to'lqin uzunliklarda 5-7 % berishi mumkin). Asosan emissiya Al, Cr, kamroq Cu elementlarida kuzatiladi (111-rasm).



111-rasm. Ko'p elementli metall aralashmani o'tkazish (emissiya) va absorbsiya spektrlari.



112-rasm. Vaqt davomida elementlar yutilish spektrini o'zgarish diagrammasi¹⁹.

Atom absorbsion spektrometriyasi usullari deyarli har qanday texnik yoki tabiiy ob'ektni tahlil qilishda qo'llaniladi (112-rasm). AAS usuli zamonaviy tahlil usulli bo'lib, davriy sistemaning deyarli 70 elementini aniqlashga imkon beradi.

¹⁹ <https://journals.urfu.ru/index.php/analitika/article/view/3576>. Введение в многоэлементный атомно-абсорбционный анализ. (литература. часть 2). D. Katskov. 2018.-324 с.

Texnik ob'ektlardan atom yutish spektrometriyasi metallar, qotishmalar, rudalarni, gidrometallurgik qayta ishlash mahsulotlarini va boshqa ob'ektlarni tahlil qilishda foydalaniladi. Masalan, tuproqlarda rux, temir, magniy, mis va boshqa elementlar; oltinda kumush, qo'rg'oshin va misning tarkibi aniqlanadi. **Ushbu usul ko'pincha qo'rg'oshin, simob va vismutni anorganik, organik va biologik ob'ektlarda aniqlash uchun keng qo'llaniladi.**

Mavzu boyicha savollar:

1. Atom-absorbsion tahlil qaysi moddalarning tahlil qilishga imkoniyat beradi, uning qo'llanilish sohalarini keltiring.
2. Atomizator deganda nimani tushunasiz? Ularni turlarini keltiring.
3. Atom-absorbsion spektrometrlarda atomizator o'rni va amaliy ahamiyati nimada?
3. Atom-absorbsion spektrometrlarda nurlanish manbai qanday tanlanadi?

Mavzuga oud testlar:

1. Atom-absorbsion spektroskopiyada qancha elementlarni aniqlash mumkin?

- A. 70 dan ko'p
- B. Gazli elementlarni
- C. 40 dan ko'p
- D. Hamma elementlarni
- E. Faqat radioaktiv elementlarni

2. Atom-absorbsiya deganda nimani tushunasiz?

- A. Molekulalar tomonidan energiya yutilishi
- B. Atomlar tomonidan energiya ajralishi
- C. Energiya ta'sirida elektronlar siljishi
- D. Energiya ta'sirida atomlar siljishi
- E. Atomlar tomonidan energiya yutilishi

3. Qaysi olim amaliy jihatdan oson bo'lgan atom absorbsiyasini o'lchash usuli taklif etilgan?

- A. Feliks Bloch va Edvard Mills Parcelllar
- B. Evgeniy Zavoyanskiy
- C. M. Faradey
- D. Alan Uolsh
- E. Rentgen va Vulf

4. Atom-absorsion spektrometrometriya taxlili nimaga asoslangan?

- A. Kimyoviy bog'lar o'rtasidagi burchaklar va masofalar o'zgarishiga
- B. Gaz holatida atomlar tomonidan ultrabinafsha yoki ko'zga ko'rinadigan nurlanishni yutilishiga
- C. Gazlarni yonishini va metallar bilan ta'siriga asoslangan
- D. Rengen nurlanishni tanlab yutilishiga asoslangan
- E. Nurlarning yutilishi, qaytishi va o'tishiga asoslangan

5. Birinchi atom-absorbsion spektrometr qachon ixtiro qilingan?

- A. 1895 yilda
- B. 1955 yilda
- C. 1900yilda
- D. 1905 yilda
- E. 1983 yilda

6. Atom-absorsion spektrometrometrda nechi turdagi atom-izator mavjud?

- A. 2 xil
- B. 4 xil
- C. 3 xil
- D. 5 xil
- E. 7 xil

7. Temirni aniqlash uchun atom-absorsion spektrometrometrda nurlanish manbai nimadan tayorlanadi?

- A. Platinadan
- B. Wolframdan

- C. Nikeldan
- D. Misdan
- E. Temirdan

8. Alangali atomizator –bu nima?

- A. Issiqlik manbai elektr -grafitli pech
- B. Issiqlik manbai yoqilg'i gazi, atsetilen - havo, atsetilen - azot oksidi aralashmasi
- C. Atomlardan iborat uskuna
- D. Atomlarni aniqlaydigan uskuna
- E. Atomlar energiyasini aniqlaydigan uskuna

9. Havo-asetilen alangali atomizator yordamida qaysi elementlar aniqlanadi?

- A. Ishqoriy va ishqoriy er metallarini, Cr, Fe, Co, Ni, Mg, Mo, Sr va nodir metallarni aniqlash uchun
- B. Gazlarni aniqlaydi CO, CO₂, SO₂
- C. Radioaktiv metallarini aniqlash uchun
- D. Suuyuq moddalarni aniqlash uchun
- E. Havodagi elementlar, nodir metallarni aniqlash uchun

10. Elektrotermik atomizatsiya usuli –kim tomonidan qachon kashf etilgan?

- A. Enshteyn tomonidan 1900-yil
- B. Alan Uolsh tomonidan 1962-yil
- C. Boris L'vov tomonidan 1959 -yil
- D. W.Rentgen tomonidan 1895 yilda
- E. Bregg tomonidan 1900 yilda

11. Elektrotermik atomizatsiya usulida kyuveta nimadan yasaladi?

- A. Shisha
- B. Grafit
- C. Metall
- D. Kaliy bromid
- E. Kumush

12. AAS spektrometri - turli lampalar to'plami bilan jihozlanadi, bundan maqsad nima?

- A. Har bir lampa ma'lum bir elementni aniqlash uchun qo'llaniladi
- B. Har bir lampani birdan qizdirish uchun
- C. Lampalar tez ishdan chiqadi va almashtiriladi
- D. Lampalar tez qizib ketadi va almashtiriladi
- E. Lampanlarni birdan qo'llab toliq oq spektr hosil qilinadi

13. Atom-absorsion spektrometrometrda atomizator turlari:

- A. Alangali va elektrotermik
- B. Alangali va polyarografik
- C. Spektrofotometr va dilatometrik
- D. Elektrotermik va magnitotermik
- E. Elektrotermodinamik

14. Atom-absorbsion spektrometriya asosan qanday moddalar bilan ishlash uchun keng qo'llaniladi?

- A. Tarkibida H, K hamda Na bor moddalarni aniqlash uchun
- B. Gaz, suyuq va qattiq holatdagi moddalarni aniqlash uchun
- C. Faqat gaz holatdagi namunalarni aniqlash uchun
- D. Faqat qattiq holatdagi namunalarni aniqlash uchun
- E. Suyuq moddalarni aniqlash uchun

15. Elektrotermik atomizatsiya usuli -bu ?

- A. Atomizator sifatida katta quvvatli elektr toki bilan isitiladigan grafitli pech qo'llaniladi
- B. Elektr maydon ta'sirida magnit maydon hosil bo'ladi
- C. Elektr maydon ta'sirida elektromagnit maydon hosil bo'ladi
- D. Issiqlik manbai yoqilg'i gazi, atsetilen - havo , atsetilen - azot oksidi aralashmasi
- E. Atomlarni aniqlaydigan uskuna

16. Atom-absorsion spektrometrometrda atomizator vazifasi?

- A. Namunani gazsimon atom holatiga o'tkazish
- B. Elektr tok ta'sirida magnit maydon hosil qilish

- C. Elektr tok ta'sirida atomdan elektronlarni ajratish
- D. Elektr ta'sirida atomni qizdirish
- E. Atomlarni aniqlaydigan uskuna

17. Absorbsiyaning asosiy qonuni qaysi olimlar nomi bilan ataladi?

- A. Mendeliyev-Klapeyron
- B. Vulf-Breg
- C. Perkin-Elmer
- D. Joule-Lens
- E. Buger-Lambert-Beer

18. Atom-absorsion spektrometrning asosiy elementlari?

- A. Yorug'lik manbai, Atomizator, Spektral qurilma
- B. Yorug'lik manbai, Atomizator, Rentgen trubka, sovutish tizimi
- C. Rentgen trubka, zina poyali transformator, sovutish tizimi
- D. Yorug'lik manbai, Atomizator, Kuchli magnit, sovutish tizimi
- E. Yorug'lik manbai, Atomizator, Kuchli elektromagnit, sovutish tizimi

19. Elektrotermik atomizatsiya usuli kim tomonidan taklif etilgan?

- A. Perkin-Elmer
- B. Boris L'vov
- C. Yuliam Volaston
- D. T.A.Cross
- E. Edvard Mills Parcelllar

20. Alangasiz atomizatsiya usulida maksimal ish harorati qancha?

- A. 2600 dan 2700 gradus C
- B. 1600 dan 1900 gradus C
- C. 600 dan 800 gradus C
- D. 100 dan 700 gradus C
- E. 2600 dan 3700 gradus C

19-§. Raman spektroskopiyasi

19.1. Raman spektroskopiyasi tushunchasi.

Raman spektroskopiyasi yorug'likning modda bilan o'zaro ta'siriga asoslangan molekulyar spektroskopiya usuli hisoblanadi. Bu usul materialning tuzilishi yoki uning xususiyatlari haqida tasavvurga ega bo'lishga imkon beradi va bu jihatdan infra qizil spektroskopiyasi (FTIR) usuliga o'xshashdir.

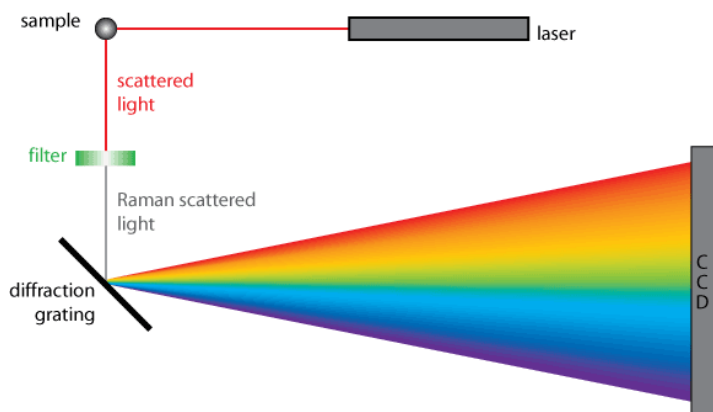
Raman spektroskopiyasi molekullarni kombinatsion tarqalish spektrlari o'rganishga asoslangan, IR spektroskopiyasi esa nurni yutishga asoslangan. Raman spektroskopiyasi molekullardagi va molekullararo tebranishlar to'g'risida ma'lumot beradi va reaksiyaning yanada to'liq tasvirini shakllantirishga yordam beradi. Raman spektroskopiyasi ham, IR fir'e spektroskopiyasi ham molekulyar tebranishlarning spektral xususiyatini beradi ("molekulyar ta'svir") va moddalarni aniqlashda ishlatiladi. Bunday holda, Raman spektroskopiyasi past chastotali rejimlar va tebranishlar haqida qo'shimcha ma'lumot berishi mumkin, bu kristall panjara va molekulyar tuzilishning asosiy xususiyatlarini ko'rsatadi.

Texnologik jarayonlarda Raman spektroskopiyasi kristallanish jarayonlarini kuzatish, reaksiyaning mexanizmlari va kinetikasini aniqlash uchun ishlatiladi. Ushbu ma'lumotlar tahliliy vositalar bilan birgalikda reaksiyani yaxshiroq tushunish va jarayonlarni optimallashtirishga imkoniyat beradi.

Yorug'lik gaz, suyuq yoki qattiq molekullar bilan o'zaro ta'sirlashganda, fotonlarning aksariyati tushgan fotonlari kabi bir xil energiyaga ega bo'lib tarqaladi. Ushbu jarayon elastik yoki "Rele tarqalishi" deb ataladi (113-rasm). Lekin ba'zi fotonlar - taxminan 10 milliondan bittasi - tarqalgandan keyin foton chastotasidan farq qiladigan chastotani oladi. Bu jarayon noaniq sochilish yoki "Raman effekti" deb nomlanadi, uni kashf etgan va 1930 yilda fizika bo'yicha Nobel mukofotiga sazovor bo'lgan **Chandrasekhar Venkat Raman** nomi bilan ataladi.



Portable Raman spectrometer, as used at NASA ([NASA usage guidelines](#))



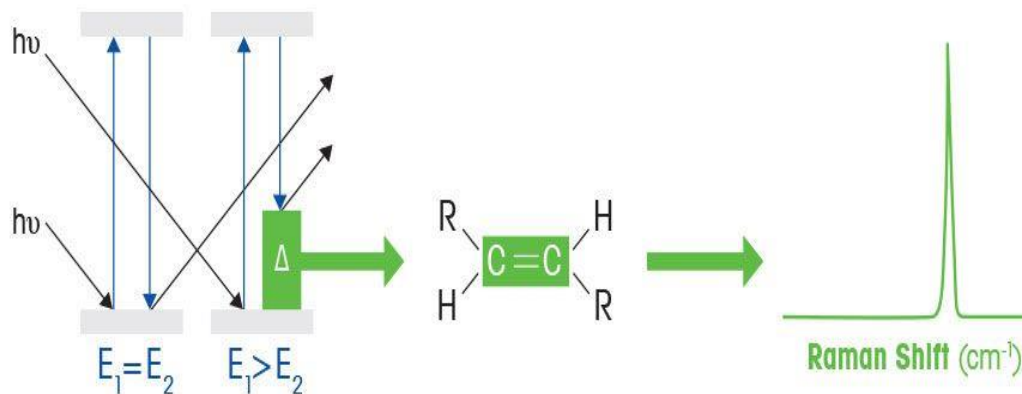
University of Cambridge sayt.

113- rasm. RAMAN portativ spektrometrining ko'rinishi va ishlash prinsipi.

19.2. Raman effekti.

Raman effekti turli sohalarda - tibbiyotdagi diagnostikadan materialshunoslik va reaksiyalarni tahlil qilishgacha keng qo'llanilmoqda.

Raman effekti molekulaning tebranish xususiyatini topishga imkon beradi, bu uning qanday tuzilganligi va boshqa molekulalar bilan o'zaro aloqasi to'g'risida tasavvur beradi. Raman spektroskopiya molekulalarni polarizatsion holatlariga bogliq bo'ladi va elektron tuzilishi haqida batafsil ma'lumot beradi (114-rasm).



114-rasm. Raman-siljishhi kuzatilishi.

19.3. Raman spektroskopiyasi qo'llanilishi.

Raman spektroskopiyasi ko'plab funktsional guruhlariga sezgir va molekulyar tuzilish haqida ma'lumot olishda ayniqsa samarali hisoblanadi. Raman spektri molekulalarni o'ziga xos tarzda tavsiflaydi. Raman spektrometriyasi bog'larning qutblanuvchanligiga tayanadi va past chastotalarni o'lchash qobiliyatiga ega bo'lgani uchun, polimorfizm haqida ma'lumot beruvchi kristall panjaraning tebranishlariga sezgir. Bu borada IQ Fyr'e spektroskopiyasi kam ma'lumot bera oladi. Shuning uchun kristallanish va boshqa murakkab jarayonlarni o'rganishda Raman spektroskopiyasidan katta samaradorlik beradi.

Raman spektroskopiyasi sanoatda qo'llanilish imkoniyatlari:

- ✓ Kristallanish jarayonlarini o'rganish
- ✓ Polimorf shakllarni aniqlash
- ✓ Polimerlanish reaksiyalarini o'rganish
- ✓ Hidrogenlash reaksiyalarini o'rganish
- ✓ Kimyoviy sintez
- ✓ Biokataliz va enzimatik kataliz
- ✓ Oqimdagi kimyoviy jarayonlar
- ✓ Biologik jarayonlarni monitoring qilish
- ✓ Sintez reaksiyalarini o'rganish

20-§. Alangali fotometriya.

20.1. Alangali fotometriya tushunchasi.

Alangali fotometriya eritmalaridagi natriy, kalstiy, litiy, kaliy, stronsiy, rubidiy, seziy, bariy, xrom, manganest va magniy elementlarni sifat va mikdoriy analiz qilishda qo'llaniladi²⁰. Usulda qo'llanilayotgan haroratlar yuqori bo'lmaganligi sababli asosan ishqoriy va ishqoriy-er elementlarini aniqlash uchun ishlatiladi.

20.2. Alangali fotometr ishlash tartibi.

Alangali spektrfotometrda tekshirilayotgan eritma aerosol shaklida maxsus gorelka yordamida purkaladi. Eritma gorelka alangasiga (yoritish gazi, vodorod, asetilen, propan gazi) purkalganda aniqlanayotgan elementga issiqlik ta'sir etishi natijasida shu element uchun xarakterli bo'lgan spektr hosil bo'ladi. Bunda tekshirilayotgan

²⁰ http://afh.samgtu.ru/sites/afh.samgtu.ru/files/5_plamennaya_fotometriya.pdf

elementlarning alanga ta'sirida qo'zg'algan atomlari ma'lum to'lqin uzunligiga ega bo'lgan nur chiqaradi (115-rasm).



115-rasm. Alangali fotometr ([Plamenniy fotometr PFA-378](#)).

Olovda eritma bug'lanadi, erigan moddalarning ionlanishi kuzatiladi. Alangada oson qo'zg'aladigan elementlar atomlarining tashqi (valent) elektronlari yuqori energiya pog'onasiga o'tadi. Atom bunday qo'zg'atilgan holda juda qisqa vaqt bo'ladi (10^{-7} - 10^{-8} sek) va shundan so'ng elektronlar dastlabki yoki unga yaqin holatga qaytadi. Elektronlar qaytishi energiya qismlarini (yorug'lik kvantlarini) chiqarilishi bilan birga kechadi, ularning kombinatsiyasi har bir element uchun ma'lum to'lqin uzunligi bilan nurli oqim (nurlanish) hosil qiladi. Nurlanish alangani ma'lum rangga aylantiradi va bu rangning intensivligi namunadagi elementning miqdoriy tahlil qilish uchun ishlatiladi.

Alangali fotometriya usuli yordamida aniqlanadigan metallar ro'yhati 14-jadvalda keltirilgan.

14-jadval. Alangali fotometriya usuli yordamida aniqlanadigan metallar ro'yhati

Element	Aniqlanadigan minimum, mg/ml	To'lqin uzunligi, nm	Alanga rangi	Ionizatsiya potentsiali, eV	Qozg'atish potentsiali, eV
Litiy	0,01	670,8	Karmin-qizil	5,39	1,90
Natriy	0,001	589,0	Sariq	5,14	2,11
Kaliy	0,01	766,5	Binafsha	4,34	1,62

Rubid iy	0,01	794,8	Pushti- binafsh a	4,179	1,56
Cesiy	0,1	852,1	Pushti- binafsh a	3,89	1,46
Bariy	1,0	553,6	Sariq- yashil	5,1	2,24
Kalsiy	0,06	422,7	Jigarra ng-qizil	6,11	2,93

20.3. Plank-Eynshteyn tenglamasi.

Chiqayotgan yorug'lik nurining chastotasi bilan atom yoki molekulaning ma'lum holatdagi energiyasi orasidagi borliqlik Plank-Eynshteyn tenglamasi bilan ifodalanadi:

$$E_2 - E_1 = h\gamma$$

Plank-Eynshteyn tenglamasi

bu erda: E_2 -atomning qo'zg'atilgan holatdagi energiyasi;

E_1 -atomning oxirgi xolatdagi energiyasi;

h - Plank doimiysi;

γ - yorug'lik nurining tebranish chastotasi.

Shunday qilib, atomdan chiqayotgan yorug'likning to'lqin uzunligi tekshirilayotgan elementning sifat analizi uchun xarakterli faktor bo'lib xizmat qiladi. Undan foydalanib, murakkab aralashma tarkibidagi elementni topish mumkin.

Nurlanish intensivligi bir vaqtning o'zida alanga bilan element orasida sodir bo'ladigan prostessning miqdoriy xarakteristikasi ham bo'lib xizmat qiladi.

Chunki alanga ta'sirida qo'zg'atilayotgan atomlar sonining ortishi bilan nurlanish intensivligi kuchayadi. Agar tekshirilayotgan moddaning eritma holida bir xil miqdorda purkalishini e'tiborga olsak, nurlanish intensivligi eritma konstentrastiyasigagina bog'liq bo'ladi.

Gorelkada aerosol bilan aralashtirilgan gaz yonadi. Eritmani purkash uchun shtuster orqali purkagich kamerasiga kelayotgan siqilgan havo oqimi kapillyar naychada vakuum hosil qiladi. Shu vakuum tuyayli eritma stakanchadan unga uchi tushirilgan naycha orqali kapillyarga suriladi va undan chiqishida mayda zarrachalar holida sochiladi.

Katta o'lchamdagi zarrachalar aralashtirish kamerasi devorlariga o'tiradi, eng mayda zarrachalar esa gaz bilan aralashadi. Bu gaz kamerasiga shtuster orqali yuboriladi va u erda tekshirilayotgan eritma bilan aralashtirilgach, gorelka qalpoqchasidagi teshikcha orqali juda kichik oqim holida chiqib yonadi va alanga hosil qiladi.

Parrakli disklar gaz va aerozolni yaxshi aralashtirish uchun xizmat qiladi. Gorelka kamerasidan kondensator (gaz bilan aerozol aralashmasi) shtuster orqali chiqariladi. Gorelkaning purkagich o'rnatilgan oldingi qismi kamera bilan ulangan bo'lib, gorelkani tozalash vaqtida uni olib qo'yish mumkin. Shu maqsadda gorelkaning orqa devori ham kamera bilan rezba yordamida ulangan.

20.4. Alangali fotometrning tarkibiy qismlari.

Tekshirilayotgan spektr chiziqlarini farqlash uchun alangaviy fotometriyada interferensiya yorug'lik filtrlaridan foydalaniladi. Ularni tanlashda yorug'lik o'tkazish maksimumi ma'lum-element nurlanishining to'lqin uzunligiga mos kelishiga e'tibor beriladi.

Yorug'lik filtrlaridan biri asbobning maxsus darchasiga to'g'rilanadi. Gardishga bir vaqtning o'zida to'rtta yorug'lik filtri o'rnatiladi. Har qaysi yorug'lik filtri biror kimyoviy elementni aniqlashda qo'llaniladi.

Yorug'lik energiyasini qabul qiluvchi sifatida F-9 markali fotoelementdan foydalaniladi. F-9 100 *mkA* ga mo'ljallangan M-24 markali mikroampermetr bilan ulangan. Asbob 220 v li o'zgaruvchan tokka ulanadi. Ushbu asbob yordamida olingan eksperimental ma'lumotlar standart eritmalar hosil qilgan fototok qiymati asosida kalibrlash grafigi chiziladi. Tekshirilayotgan eritmaning konstentrastiyasini shu grafik yordamida osonlik bilan hisoblab topish mumkin.

20.5. Spektral tahlil afzalliklari

1. Spektral tahlil metallar tarkibini aniqlashda keng qo'llaniladi. Kimyoviy tahlil bilan solishtirganda, spektral tahlil yuqori sezuvchanligi, aniqligi, tezkorligi, arzonligi, bir tahlil qilishni o'zida bir necha kimyoviy elementni aniqlash mumkinligi bilan ajralib turadi²¹.

2. Kimyoviy tahlil qotishmada elementning miqdori ko'p bo'lganda (5-10%) aniqligi yuqori bo'ladi. Spektral tahlil oz miqdordagi

²¹ Стифатов Б.М., Лосева М.А., Рублинецкая Ю.В. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: Учеб.-метод. пособие. -Самара: СамГТУ, 2004.

qoshimcha elementlarni aniqlashga imkoniyat beradi (mkgramm litrda yoki 0,001-0,005 %)

3. *Metallar express-tahlil qilishida uglerod miqdorini aniqlash uchun* – yo'ndirish usuli (aniqligi 0,05%), oltingugurt va fosforni aniqlash uchun – kimyoviy tahlil (aniqligi 0,01%), kremniy, marganes, xrom, nikel, molibden va b. metallarni aniqlash uchun – spektral tahlil (aniqligi 0,1%) qo'llash maqsadga muvofiqdir.

Quyidagi 15- jadvalda turli elementlarning spektr chizig'ining to'liq uzunligi, hamda spektral tahlilda aniqlanadigan metall konsentraciyalari keltirilgan.

15 Jadval. Turli elementlarning spectral tahlilda chizig'ining to'liq uzunligi va aniqlanadigan metal konsentraciyalari

Определяемый элемент	Длина волн линии определяемого элемента, нм	Длина волн линии сравнения, нм	Диапазон определяемых массовых долей, %
Бериллий	II 313,10 } II 313,04* } I 265,05 }	I 305,01 } I 265,25 }	0,0005—0,02 0,02—0,9
Бор	I 249,68 } I 249,77** }	I 266,92	0,01—0,05
Ванадий	II 311,07 } II 310,23 }	I 305,01	0,05—0,3 0,03—2,0
Железо	II 259,94 } II 259,84 } II 275,57 } II 275,33 }	I 266,04 } I 265,25 }	0,5—2,0
Кадмий	I 346,77 } I 346,62 } I 340,36 } I 228,80 }	I 305,01 } I 305,99 } I 226,34	0,05—0,5 0,2—0,5
Кальций	II 393,37 } II 396,85 } II 317,93 } II 315,89 }	I 305,01	0,01—0,1 0,1—0,5
Кремний	I 288,16 I 250,69 I 288,16 } I 251,61*** } I 252,85 }	I 305,99 } I 266,91 } I 266,91 } I 237,84 } I 265,25 } I 266,04 } I 265,25 }	0,05—0,5 0,2—3,0 2,0—15
Литий	I 323,26	I 305,01 } I 305,99 }	0,5—2,5
Магний	II 279,08 } I 285,21 } II 292,87 } II 293,65 } I 277,98 } I 277,67 }	I 305,01 } I 266,04 } I 265,25 }	0,01—0,8 0,5—5,0 0,8—5,0 2,0—15,0
Марганец	II 294,92 } II 259,37 } II 260,57 } II 293,93 } II 293,31 } II 288,95 } II 267,26 }	I 305,01 } I 266,04 } I 265,25 }	0,05—1,0 0,1—1,5 0,3—2,0 0,5—2,0
Медь	I 327,40 } I 324,75 } II 236,99 } II 229,44 } I 282,44 }	I 305,01 } I 237,21 } I 232,16 } I 305,01 } I 266,92 }	0,01—1,0 1,0—10,0 2,0—10,0 2,0—10,0

Mavzu bo'yicha nazorat savolari.

1. Emission va adsorbsion spectral tahlil usullarini solishtiring (Venn diagrammasi).
2. Spektral tahlil imkoniyatlari va afzalliklarini keltiring, real misollar keltiring.
3. Alangaviy fotometriya analiz usullari.
4. Alangaviy fotometriya analiz imkoniyatlari.
5. Sizning fikringizcha spektral tahlil usullari afzalligi nimada?
6. Moddalarning spektral chiziqlari qanday bo'lishi mumkin?
7. "Spektral tahlil usulida o'rganiladigan masalalar" jadvalini to'ldiring



Kabi masalalarni o'rganadi.

Mavzuga oid testlar:

1. Spektral taxlil tushunchasini ko'rsating:

- A. Moddalarning magnit xususiyatlarini aniqlash usuli.
- B. Moddalarning optikaviy spektri bo'yicha ularning kristall panjarasining aniqlash usuli.
- C. Moddalarning kimyoviy tarkibini ularning nur sindirish ko'rsatkichi bo'yicha aniqlash usuli.
- D. Moddalarning optikaviy spektri bo'yicha ularning kimyoviy element tarkibini aniqlash usuli.
- E. Moddalarning termik xususiyatlarini aniqlash usuli.

2. Atom emission spektral analiz qanday bajariladi:

A. Moddaga yorug'lik nuri ta'sir ettiriladi va spektr yozib olinadi.

B. Modda sovutilib, uning atomlariga nur ta'sir ettiriladi, hosil bo'lgan spektrogramma yozib olinadi.

C. Modda gaz holatiga o'tkaziladi, unga nur ta'sir ettiriladi va gazning nurlanish spektri yozib olinadi.

D. Moddaga biron nur ta'sir ettiriladi va hosil bo'lgan derivatogramma yozib olinadi.

E. Modda gaz ta'sir ettiriladi va hosil bo'lgan difraktogramma yozib olinadi.

3. Emission spektral taxlil apparatlari:

A. Spektroskop, spektrograf.

B. Derivatograf, dilatometr.

C. Difraktometr.

D. Potensiometr.

E. IQ spektrometr IQS-14, IRRAFINITY.

4. Emission spektral taxlilda moddaning qanday tarkibi aniqlanadi:

A. Fazalar miqdori.

B. Elementlar miqdori

C. Molekulalar miqdori.

D. Kristallar miqdori.

E. Kristallogidrat suv miqdori.

5. Emission spektral taxlilda spektr qo'zg'atuvchilar sifatida nimalardan foydalaniladi?

A. Volfram katod.

B. Vakuumdagi Katod.

C. Alanga, uchqun, elektr impuls.

D. Vakuumdagi Anod.

E. Vakuumdagi Gaz.

6. Qattiq moddalarni emission spektral taxlil qilish uchun:

A. Qattiq modda maydalanadi, kukun predmet stoliga Kanada balzami yordamida yopishtiriladi va o'rganiladi.

B. Moddani ko'mir elektrodlaridagi mahsus o'yiqlarga solinadi va elektr yoyiga kiritiladi.

C. Qattiq moddani emission spektral taxlil qilib bo'lmaydi.

D. Qattiq modda maydalanadi va suyuq holatiga o'tkaziladi.

E. Qattiq moddani KBr bilan presslanadi va yupqa tabletka tiziladi.

qilinadi

7. Spektral analiz ma'lumotlarining aniqlik darajasi moddalarning konsentratsiyasiga qanday bog'liq?

- A. Spektral taxlil natijalariga moddaning konsentratsiyasi ta'sir etmaydi.
- B. Aniqlanayotgan elementning konsentratsiyasi ortishi bilan aniqlik darajasi ortib boradi.
- C. Taxlilning aniqlik darajasi yuqori va konsentratsiyaga bog'liq emas.
- D. Aniqlanayotgan elementning konsentratsiyasi aniqlik darajasiga ta'sir etmaydi.
- E. Aniqlanayotgan elementning konsentratsiyasi ortishi bilan aniqlik darajasi kamayib boradi.

8. Adsorbtion spektral taxlil tushunchasi?

- A. Moddani yutilish spektrini o'rganishga asoslangan.
- B. Moddalarning magnit xususiyatlarini aniqlash usuli.
- C. Moddalarning optikaviy spektri bo'yicha ularning kristall panjarasining aniqlash usuli.
- D. Moddalarning kimyoviy tarkibini ularning nur sindirish ko'rsatkichi bo'yicha aniqlash usuli.
- E. Moddalarning termik xususiyatlarini aniqlash usuli.

9. Atom spektral taxliliga qanday usullar kiradi?

- A. Termik-spektrografiya usullari
- B. Derivatografiya, dilatometriya usullari
- C. Optik va rentgen-spektral taxlil usullari
- D. Tekisliklararo masofani aniqlash usuli
- E. Moddalarning solishtirma og'irligini aniqlash usuli

10. Miqdoriy spektral taxlil asoschisi?

- A. 1900 yil – U. Gershel
- B. 1926 yil - nemis olimi V. Gerlax
- C. 1995 yil – V. Rentgen
- D. 1860-1861 yil - Kirxxof va Bunzen
- E. 1780 yil – V. Rentgen

11. Vodorod atomining yutilish emission spektri qanday?

- A. Chiziqli.
- B. Doimiy uzluksiz
- C. Ozgaruvchan
- D. Bir tekis

E. Qo'zg'almas

12. Vodorod atom emission yutilish spektrida qancha chiziqlar mavjud?

A. 10

B. 4

C. 20

D. 1

E. Chiziqlar yo'q

13. Uzlüksiz emission spektrlar qaysi moddalarda kuzatiladi?

A. Qattiq, suyuq modda va o'ta siqilgan gazlarda

B. Elementar va molekulyar gazlarda

C. Bog'lanmagan yoki kam bog'langan molekulalarda

D. Koordinatsion birikmalarda

E. Bunday spektrlar kuzatilmaydi

14. Ko'p chiziqli emission spektrlar qaysi moddalarda kuzatiladi?

A. Qattiq, suyuq modda va o'ta siqilgan gazlarda

B. Yuqori tozalikdagi barcha moddalarda

C. Koordinatsion birikmalarda

D. Bunday spektrlar kuzatilmaydi

E. Bog'lanmagan yoki kam bog'langan molekulalarda

15. Alangaviy fotometriya qanday elementlarni taxlil qilishda qo'llaniladi?

A. Azot va vodorod elementlari.

B. Oltingugurt, uglerod, azot va boshqa noimetallar.

C. Metall va noimetall elementlar.

D. Natriy, kalsiy, litiy, kaliy va b. metallar.

E. Kislorod va boshqa noimetallar.

16. Alangaviy fotometriya usulida:

A. Qattiq moddadan elektr tokini o'tkazish va uni parchalash jarayoni bilan bog'liq.

B. Issiqlik ta'siri natijasida rentgen nurlari hosil bo'ladi.

C. Issiqlik ta'siri natijasida rastro nurlari hosil bo'ladi.

D. Issiqlik ta'siri natijasida atomlar parchalanadi.

E. Issiqlik ta'siri natijasida spektr hosil bo'ladi.

17. Plank Enshteyn tenglamasi:

- A. Obyektivning kattalashtirish darajasini aniqlashga imkoniya beradi.
- B. Chiqayotgan yorug'lik nurining chastotasi bilan atom energiyasi orasidagi bog'liqlikni ifodalaydi.
- C. To'liq uzunligi bilan yorug'lik nurining chastotasini bog'liqligini ifodalaydi.
- D. Moddalardagi guruhlarini koordinatsion sonini ifodalaydi.
- E. Chiqayotgan issiqlik bilan atom energiyasi orasidagi bog'liqlikni ifodalaydi.

18. Seziy va Rubidiy elementlari qachon va kim tomonidan ochilgan?

- A. 1995 yil – V. Rentgen tarafidan.
- B. 1860-1861 yilda Kirxxof va Bunzen tomonidan
- C. 1780 yil – V. Rentgen tarafidan.
- D. 1895 yil – V. Rentgen tarafidan.
- E. 1900 yilda Tananaev tomonidan

19. Spektral taxlil usulining yangi kimyoviy elementlar ochishdagi o'rni?

- A. Spektral taxlil yordamida 1861-1923 yillarda 25 dan ko'p element ochilgan
- B. Spektral taxlil usuli yordamida hech qanday yangi element ochilmagan
- C. Yangi elementlar ochilmagan, mavjud elementlarning strukturasi o'rganilgan
- D. Spektral taxlil yordamida 5 element ochilgan
- E. Barcha yangi elementlar rentgenografik usul yordamida ochilgan

20. Kombinasion spektral taxlil tushunchasi?

- A. Moddalarning magnit xususiyatlarini aniqlash usuli.
- B. Moddalarning optikaviy spektri bo'yicha ularning kristall panjarasining aniqlash usuli.
- C. Moddalarning kimyoviy tarkibini ularning nur sindirish ko'rsatkichi bo'yicha aniqlash usuli.
- D. Moddalarning termik xususiyatlarini aniqlash usuli.
- E. Simob lampasi bilan yoritilgan moddadan o'tgan yorug'lik nurini o'rganishga asoslangan.

21-§. Infraqizil (IR) spektroskopik taxlil usullari, moddalarning IQ spektrlari.

21.1. Infraqizil nurlarining tarixi va tabiati.

Infraqizil (IR) nurlanish birinchi marta 1800 yilda ingliz olimi Uilyam Gershel tomonidan ochilgan. U termometrni kuyosh spektri bo'ylab harakat qildirganda 0.86 mkm dan yuqoriroqda simob stolbining yuqorilab ketganligini aniqlagan. Bu hodisa ro'y bergan oblast infraqizil nurlanishning pastki chegarasi edi xolos. «Infraqizil» termini Stoks tomonidan 1852 yili kiritilgan «ultrabinafsha» terminidan farqli ravishda Bekkerel tomonidan 1869 yili kiritiladi.

1834 yili Mellona tomonidan o'tkazilgan tadqiqotlar natijasida infraqizil nurlarining qaytarilish va sinish tabiati yorug'lik nurlarining tabiatiga o'xshash ekanligi tasdiqlandi. Bundan biroz keyinroq Amper va Knoblaux tomonidan yangi kashf etilgan nurlarining tarqalishi, qaytari-lishi, polyarizastiya va interferenstiyasi xuddi yorug'lik nurlaridek kechishi, ammo ulardan to'liq uzunligining kattaligi bilan farqlanishi isbotlandi.

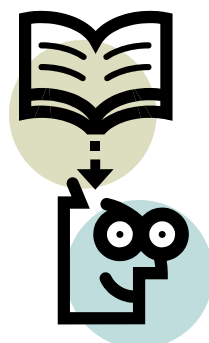
Infraqizil nurlanish spektrining yuqori chegarasiga etib borish uzoq davom etgan tadqiqotlar natijasida ro'y berdi. Buning uchun juda ko'p nurlanish manbaalari tekshirildi, turli materiallardan yasalgan prizmalar o'rganildi. Natijada bu raqam 350 mkm atrofida bo'lib, u radioto'liqlari bilan chegaradosh ekanligi tasdiq topdi.

Yuqoridagilarga asoslangan holda IQS usuli asosida turli silikat va qiyin eriydigan moda va materillarning xossalarini aniqlash, nur yutilishi yoki nur qaytishi polosalarining aniq xarakteristikasini berish ustida ishlar olib borildi. Xarakterli polosalar gruppalarining energetik o'zgarishida tebranma yoki aylanma daraja orasidagi energiya hamda elektronlarning kuzatilgan holatidagi valent o'zgarishiga bog'liqligi aniqlandi.

IQ nurlar- bu 0,76 dan 1000 mk gacha to'liq uzunligidagi (tolqin soni – $4000-400\text{ sm}^{-1}$) elektromagnit to'liq nurlari.

IQ nurlar - yorug'lik nurlari (0,40 - 0,76 mk) va radioto'liqlar [$\lambda > 1\text{ sm}^{-1}$ (1000mk)] oralig'idagi nurlanish.

Hozirgi vaqtda silikatlarni o'rganishda ko'pincha IQ nurlanishning 2 dan 25-40 mk gacha bo'lgan oblastlari qo'llaniladi.



Normal IQ nur oqimi silliqqlangan, yassi modda yuzasiga tushganda:

- a) undan qaytadi;
- b) modda zarrachalarida yutiladi va yoyiladi;
- v) nur o'tkazadi.

IQ nurlarini qaytarish spektrlari quyidagi formula orqali topiladi:

$$I_p = \rho \cdot I_o,$$

bu erda, I_p - qaytgan nurlar oqimi;

ρ - moddaning nur qaytarish koefitsienti;

I_o - modda yuzasiga tushayotgan normal nur oqimi;

IQ nurlarning o'tqazish spektrlari quyidagicha topiladi:

$$I = (1 - \rho^2) I_o \cdot e^{-kt},$$

bu erda, k - moddaning nur yutish koefitsienti;

t - nur yutayotgan qavatning qalinligi

Nur qaytarish va o'tqazish spektrlarining qiymati quyidagilarga bog'liq:

1) nur yutish koefitsienti k , nur qaytarish koefitsienti ρ va moddaning nur sindirish ko'rsatkichi n ga;

2) kristall panjara singoniyalariga;

3) strukturalarning massalar va ion radiuslariga, bunda massa qancha ko'p bo'lsa, bir singoniya kristallari nur yutishining asosiy polosalari shuncha ko'p uzun to'lqinli oblast tarafga siljiydi;

4) panjaradagi izomorf qo'shilmalar mavjudligi va boshqa faktorlarga.

Ma'lumki, elektromagnit maydon bilan muhitning o'zaro ta'siri nurlanish to'lqin uzunliklarida kuchli tarzda o'zgaradi. Masalan, ultrabinafsha nurlanish fotokimyoviy ta'sirga, rentgen va γ -nurlanish-katta singish (o'tib ketish) xususiyatiga ega.

IQ nurlanish faqat molekula yoki molekuladagi atom (ion)larning alohida gruppalari bilan muloqotda bo'ladi, hamda moddadagi kuchsiz bog'langan yoki "ozod" tashuvchi zaryadlar bilan o'zaro ta'sirlashadi.

21.2. Moddalarning infraqizil spektrlari.

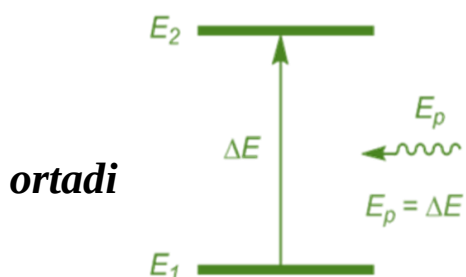
IQ oblastida nur yutilishi asosan IQ nurlanish ta'sirida modda molekulalari yoki ionlarining aylanma va tebranma harakatini

o'zgarishi, ba'zan ularning elektron qobig'larini deformastiyaga uchrashi bilan xarakterlanadi (116-rasm).

Eng ko'p IQ nurining yutishi kristall panjara va uning komponentlari (molekula, ionlar)ning tebranish chastotalariga amaliy jihatdan mos keladi. Bu tebranishlarning xarakteri va chastotalari moddaning tabiatiga, molekulalari (ionlari)ni joylashishiga, ular orasidagi masofa va boshqalarga bog'liq.

- ✓ IQ nurlar yutilishi natijasida molekuladagi zarrachalar energiyasi ortadi. Molekulaning ortgan energiyasi moddalardagi zarrachalarning tebranma harakatiga va o'tishlarga olib keladi (gazlarda tebranma va aylanma o'tishlarga).
- ✓ Molekulalarning tebranma harakatlari bir necha turda bo'lishi mumkin: valent, deformatsion va murakkab tebranishlar.

Valent tebranishlar paytida atomlar orasidagi masofa o'zgaradi va deformatsion tebranishlarda kimyoviy bog'lanishlar orasidagi burchaklar o'zgarishi kuzatiladi. Molekulalardagi turli xil tebranish holatlari orasidagi o'tish miqdorlari hisoblab chiqiladi, buning natijasida infraqizil mintaqada yutilish spektr shaklida bo'ladi, bu erda har bir tebranish o'z to'lqin uzunligiga mos keladi.

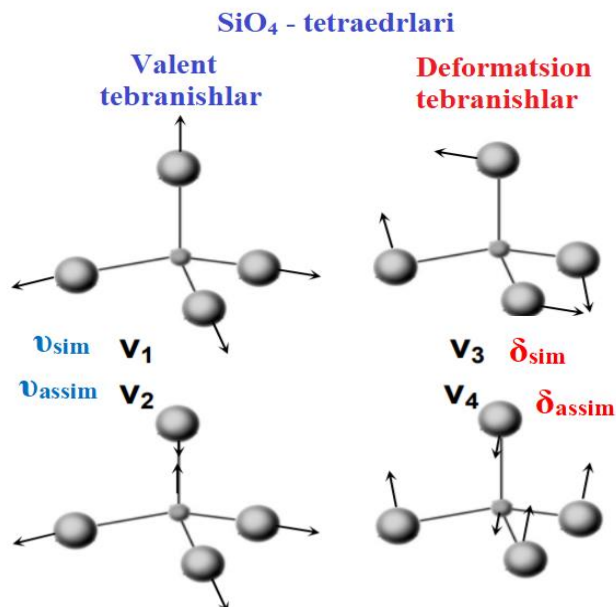


116-rasm. IQ nurlar yutilishi natijasida molekuladagi zarrachalar energiyasi va ularning tebranishlari kuchayadi.

Har bir tebranish uchun to'lqin uzunligi uning tarkibidagi atomlarga bog'liq va bundan tashqari, ularning atrof-muhitiga bog'liq emasligi aniq. Ya'ni, har bir funktsional guruh (C = O, OH, CH₂, SiO₄ va boshqalar – 117-rasm) ma'lum bir to'lqin uzunligida tebranishlari bilan tavsiflanadi, aniqrog'i, har bir guruh bir qator tebranishlar bilan tavsiflanadi (mos ravishda IQ spektridagi chiziqlar hosil qiladi). IQ spektrining bu xossalariga ko'ra birikmalarni spektral ma'lumotlar bo'yicha identifikatsiya qilish mumkin bo'ladi.

Infraqizil spektroskopiya aralashmalarni tahlil qilish va toza moddalarni aniqlash uchun keng qo'llaniladi. Miqdoriy tahlil Buger-Lambert-Ber qonuniga, ya'ni yutilish polosalar intensivligi namunadagi moddaning konsentratsiyasiga bog'liqligiga asoslangan. Bunday holda, modda miqdori individual yutilish polosalar bo'yicha emas, balki to'lqin uzunliklarining keng doirasi bo'yicha spektral egri chiziqlar

bo'yicha baholanadi. Agar aralashmada komponentlar soni kam bo'lsa (4-5), u holda ular bir-birining qoplagan holda ham ularning spektrlarini matematik ravishda ajratish mumkin. Miqdoriy tahlilning xatosi, qoida tariqasida, foizning qismini tashkil etadi.



117-rasm. SiO₄ – tetraedrida atomlar tebranishlari:

ν_{sim} , ν_{assim} – valent simmetrik va assimetrik tebranishlar;

δ_{sim} , δ_{assim} – deformatsion simmetrik va assimetrik tebranishlar.

Spektroskopiyaning asosiy qonunlaridan biri – Buger-Lambert-Ber qonuni o'tkazish va yutilish spektrlarni moddaning optik zichligiga bog'liqligini ko'rsatadi (118-rasm):

$$D = -\lg\left(\frac{I}{I_0}\right) = \varepsilon \times C \times l$$

$$D = l \sum_{i=1}^n \varepsilon_i C_i$$

D – moddaning optik zichligi;

I , I_0 – nurlanishning intensivligi;

ε – ekstinsiya koefisienti;

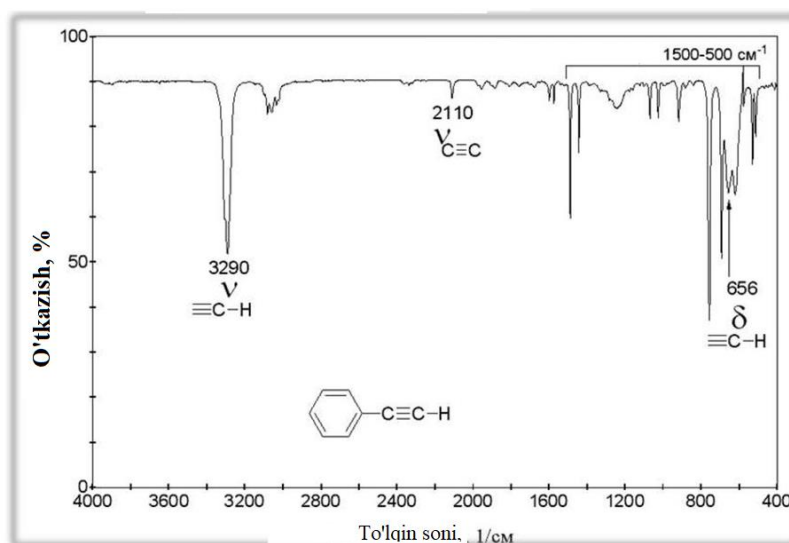
C – konsentrasiya;

l – kyuvetaning uzunligi.

**118-rasm. Ma'lum moddaning nur o'tkazishi
(Buger-Lambert-Ber qonuniga oid).**

Chetlatish qoninyati boyicha har bir tebranish turiga faqat bitta yutilish chizig'i javob beradi: $\Delta n = \pm 1$. IQ spektrogrammalarda faqat

molekulaning dipol yo'nalishini o'zgartirishga olib keladigan tebranishlar ko'rinadi.



119-rasm. Moddaning IQ spektri: C-C va C-H bog'larning valent va deformatsion tebranishlari.

Moddaning IQ spektrida koordinata o'qlarida:

Y o'qida – o'tkazish (yoki yutilish) intensivligi, %;

X o'qida - to'lqin uzunligi (yoki to'lqin soni) namoyish bo'ladi (119-rasm).

IQ spektri ko'p sonli maksimum va minimumlardan tashkil topgan murakkab egridir (107-rasm). Yutilish chiziqlari o'rganilayotgan tizimning asosiy elektron holatidagi tebranish darajalari orasidagi o'tish natijasida paydo bo'ladi. Alohida molekulaning spektral xarakteristikalar (spektrda maksimumlar joylashishi, ularning yarim kengligi, intensivligi) uning tarkibidagi atomlari massalariga, geometrik tuzilishiga, atomlararo kuchlarning xususiyatlariga, zaryadlarning tarqalishiga va boshqa faktorlarga bog'liq. Shuning uchun IQ spektrlari juda individualdir, bu moddalarning tarkibini aniqlash va o'rganishda ushbu usulni imkoniyatlarini belgilaydi.

IQ nurlarni yutish spektrlari yordamida tuzilishni o'rganish va tekshirish usullaridan kelib chiqqan holda qattiq moddalar ikki sinfga bo'linadi:

1) Bir tartibli murakkab bo'lmagan gruppalar komponentlari (ionlari, molekullari) orasidagi masofa va energiyaga bog'liq bo'lgan kristall moddaning IQ nurlarni yutish spektrlari.

Masalan, kubik singoniyaga ega kristallar (Shefer, Matossi, 1935 y.) o'zining bittadan tebranish chastotasiga ega. Ular massasining tebranuvchi atomlari massasi qancha ko'p bo'lsa, bu polosa shuncha uzun to'liqinli sohaga siljigan bo'ladi:

$$\begin{aligned} \text{MgO } \lambda &= 14,2 \text{ mk } (704 \text{ cm}^{-1}) & \text{KCl} &= 63 \text{ mk } (159 \text{ sm}^{-1}) \\ \text{CaO } \lambda &= 22 \text{ mk } (455 \text{ sm}^{-1}) & \text{NaCl} &= 52 \text{ mk } (192 \text{ sm}^{-1}) \end{aligned}$$

Kubik singoniyaga ega bo'lgan kristallarning bir qanchasida bitta o'rniga ikkita maksimumli nur yutish polosalari mavjud (masalan, NaCl uchun ikkinchi nur yutilish $\lambda=39$ mk ga mos keladi (Lekopt, 1958 y.). Bu faqat shartli ravishda Bornning kristallodinamik nazariyasining taxmini bo'yicha - panjaraning qo'shimcha tebranishlari, qo'shni elementar yacheykalarning atomlari ekvivalent holatda qarshi fazada tebranishi orqali tushuntiriladi. Bunday tebranishlar soni katta bo'lishi ham mumkin. Masalan, yuqori panjarali kvars uchun nazariy jixatdan 189 tebranish bo'lishi mumkinligini ko'rish mumkin.

2) Ichki kuchlarining bog'lanishi gruppalararo bog'lanishga nisbatan kuchli bo'lgan, o'zining strukturasi murakkab gruppaga (ionlar, molekulalar) ega bo'lgan kristall moddalarning IQ nur yutish spektrlari.

Agar panjarada anion va kationlar kompleksi yoki gruppalar atomlari o'zaro mustahkam bog'langan bo'lsa, interpretatsiya va tebranishlar hisobi yoki ularga mos keluvchi nur yutish polosalarini aniqlash va moddaning tuzilishini IQ spektrlar orqali o'rganish juda oson bo'ladi. Bu gruppalarni (masalan, $[\text{SiO}_4]^{4-}$) etarli darajada ajratilgan va ularni katta bo'lmagan atomlar sonidan tashkil topgan molekula deb qarash mumkin.

Murakkab gruppadan tashkil topgan moddalarni tebranishini ikki hil bo'lishi mumkin:

a) ichki tebranish, ya'ni kompleks gruppalar atomlarining ichki tebranishi;

b) tashqi tebranish, ya'ni boshqa gruppalar yoki atomlariga nisbatan kompleks gruppalar tebranishi.

2 chi sinf qattiq moddalarning tuzilishini ahamiyatiga ko'ra amaliy jihatdan IQ nur yutish spektrlari o'rtasidagi bog'lanishi quyidagicha belgilanadi:

1) nur yutish polosasining soni gruppasi simmetriyasi va atomlari soniga bog'liq;

2) gruppalarining nur yutish polosalari va ularning siljishlari hamda boshqa gruppalar (yoki kationlar va neytral zarrachalar) va bir xil gruppalarining o'zaro joylashishiga bog'liq.

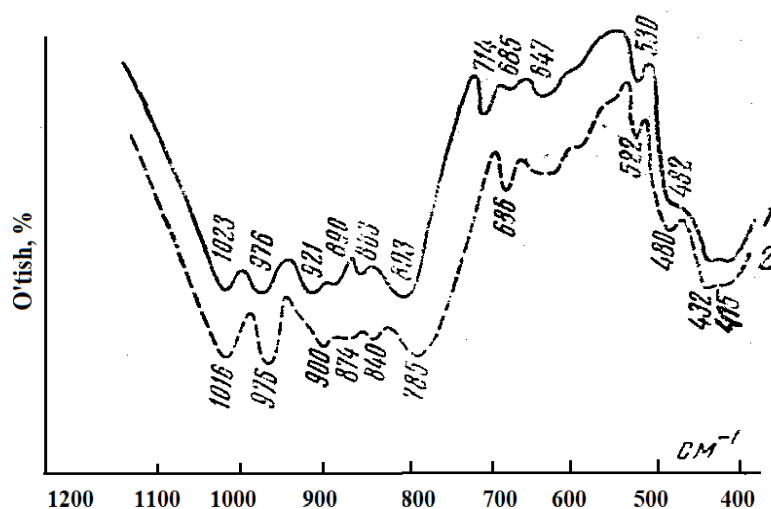
Gruppalarining ma'lum darajada qonuniy joylashishi masalasiga kelsak, masalan bir turli singoniya kristallari uchun, tekshirilayotgan murakkab gruppalarining nur yutish polosasini holati qo'shni gruppasi o'lchamlari va massasi bilan aniqlanadi. Bu holat moddaning identifikatsiyasi yoki modda sinfini (masalan, kislota, aldegidlarning tuzi, kationlar va boshqalar) aniqlash uchun asos bo'lib xizmat qiladi.

Ba'zi minerallar (dolomit, lyudvigit, granat, xlorit) uchun IQ nur yutish polosasini izomorf gruppalar holatiga to'g'ri proporsional ravishda siljishi topilgan (Arxipenko, 1963 y.; Aleksandrov, 1965 y.; Kovalev va boshqalar, 1965 y.). **Bu shuni bildiradiki, izomorf gruppasi (ion) tekshirilayotgan gruppasi nur yutish polosasini siljishini yuzaga keltiradi (108-109-rasm).** Mineralning mexanik qo'shimchalari esa tekshirilayotgan moddaning nur yutish spektri holatida bunday o'zgarishlar sodir etmaydi: mexanik qo'shimchalar moddaning spektriga qo'shimcha chiziqlar holida namoyon bo'ladi. Nur yutish spektrini ko'rinishidan moddadagi komponentlarning shaklini va polosaning siljish kattaligi bo'yicha izomorf qo'shimchalar sonini aniqlash imkonini beradi.

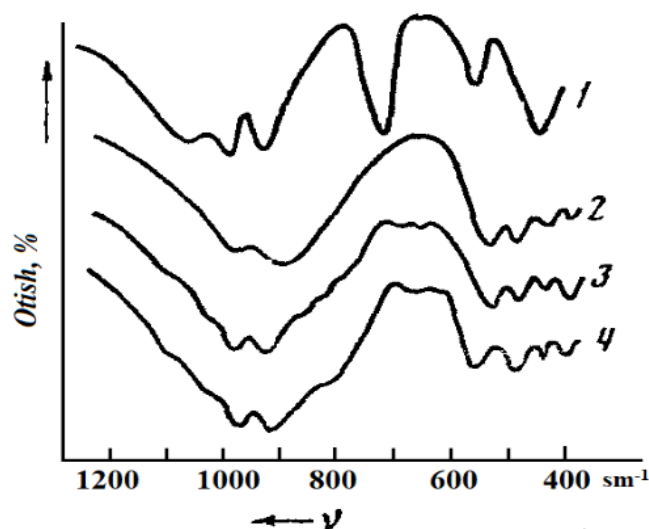
21.3. IQS tahlil natijalaridan namunalar:

Moddaning kristallilik darajasini IQ nur yutish spektrlariga ta'siri, ba'zi gruppalarining nur yutish polosalari soni va parchalanishi bilan ifodalanadi, chunki parchalanish tavsifi kristall panjara tipi bilan aniqlanadi. Amorf moddalarda parchalanish polosasini kuzatilmaydi.

Kristall va amorf moddalarda gruppasi (ion, neytral zarracha)ning o'zgarishi (izomorfliligi)ni tekshirilayotgan gruppalarining nur yutish polosasini biroz siljishiga olib keladi. Bunda ko'pincha har bir polosaning parchalanish xarakteri saqlanadi. Ba'zan polosaning intensivlik nisbati o'zgaradi.



120-rasm. Sintetik melilitlarning IQ nur yutish spektrlari²²: 1- $\text{Ca}_2\text{SiAl}_2\text{O}_7$; 2- $\text{Sr}_2\text{SiAl}_2\text{O}_7$.

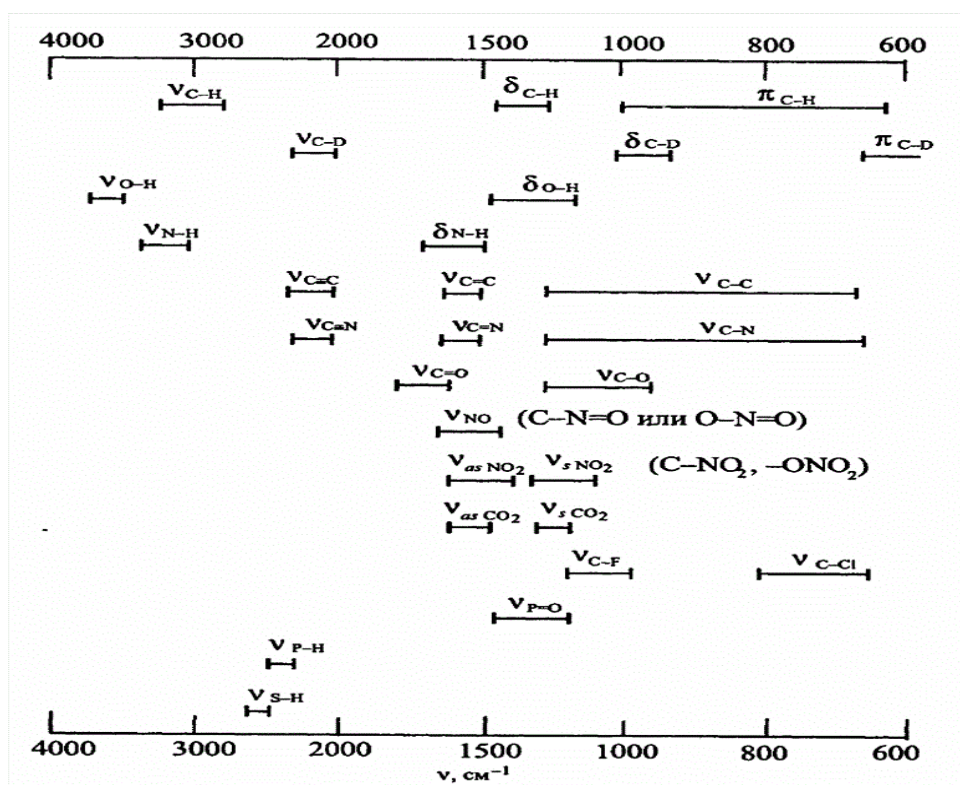


- 1- CaSiO_3 ;
- 2- $\text{La}_{9,34}(\text{SiO}_4)_6\text{O}_2$;
- 3- $\text{Ca}_{16}\text{La}_8\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{72}$;
- 4- $\text{Ca}_{16}\text{Nd}_8\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{72}$

121-rasm. Kristallarning IQ nur yutish spektrlari.

Ba'zi kimyoviy funksional guruhlar uchun yutilish spektr chiziqlari diapazoni 122-rasmda keltirilgan.

²² Ismatov A.A. Silikat va zo'rg'asuyuluvchan materiallar fizik - kimyoviy taxlilining zamonaviy usullari. – Toshkent: Fan va texnologiya, 2006. -268 b.



Noorganik moddalar gruppировkalari uchun yutilish polosalari to'liq sonlari quyidagicha:

- ✓ silikatlar va SiO_4 ga- 1100-900, 830-740 va 500-400 sm^{-1} ;
- ✓ boratlar, BO_3 va BO_4 lariga- 1300-1150, 1050-900 va 780-660 sm^{-1} ;
- ✓ fosfatlar va PO_4 ga-1100-1000,830-780 va 650-500 sm^{-1} ;
- ✓ arsenat- lar va AsO_4 ga – 900-780, 550-400 va 350 sm^{-1} ;
- ✓ sulfatlar va SO_4 ga–1250-1000,650-610 va 450 sm^{-1} ;
- ✓ karbonatlar va CO_3 ga-1450-1410,880-860 va 740-680 sm^{-1} ;
- ✓ nitratlar va NO_3 ga–1380-1350 va 840-815 sm^{-1} ;
- ✓ volframatlar va WO_4 ga- 930-810, 450-400 va 320 sm^{-1} ;
- ✓ molibdatlar va MoO_4 ga – 950-810, 450-400 va 320 sm^{-1} ;
- ✓ vanadatlar va VO_4 ga – 1150-730, 480-450 va 350 sm^{-1} .

21.4. Silikat moddalarda muhim funksional gruppalar IQ spektrlari.

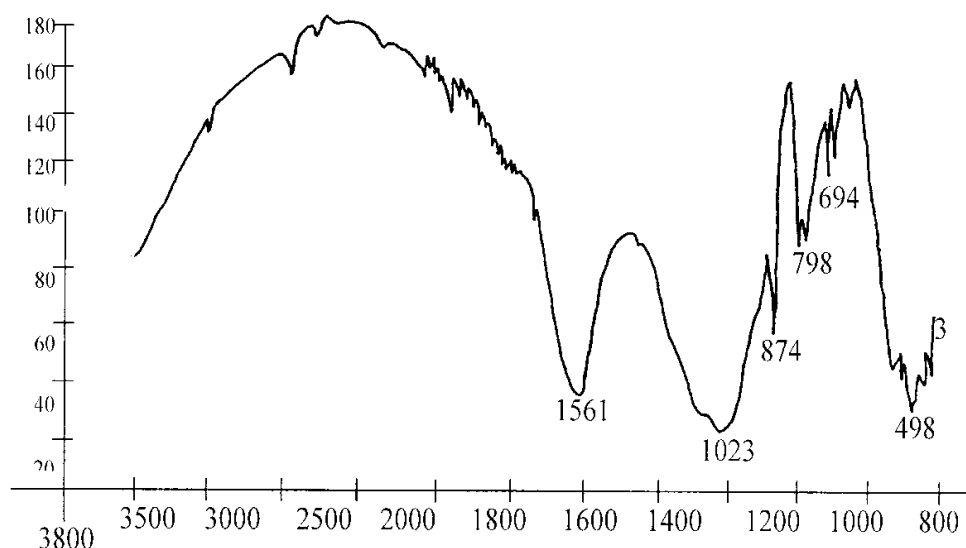
Silikat moddalarda uchraydigan muhim funksional gruppalar IQ spektrlari to'liq uzunliklari 15-jadvalda keltirilgan.

15-jadval. Silikat moddalarda muhim funksional gruppalar IQ spektrlari to'liq uzunliklari

Kremniy asosidagi gruppirovkalar:	
SiO ₄ - tarqoq tetraedrlari uchun	10-12,5 mikron (10 ⁻⁶ m)
SiO ₃ - zanjirli bog'langan silikatlarda	9-11,5 mikron
Si ₆ O ₁₈ - halqasimon silikat;arda	8,5-11 mikron
SiO ₂ - qatlamli silikatlarda	9-10,5 mikron (1100-1000 sm ⁻¹)
SiO ₂ - tetraedrlar setkasi uchun	9,6-10 mikron
Alyuminiy asosidagi gruppirovkalar:	
AlO ₆ - oktaedrik bog'langan	16-20 mikron
AlO ₄ - tetraedrik boglangan	11-13 mikron (909-769 sm ⁻¹)

123-rasmda kaolinning IQ spektrogrammasi keltirilgan. Bu erda:

- 769-909 sm⁻¹ (11-13 mk) – AlO₄ guruhlari
- 1000-1100 sm⁻¹ (9-10 mk) – SiO₄ guruhlari
- 1561 sm⁻¹ (6 mk) – H-O-H guruhlari ta'luqli tebranishlar kuzatiladi.



123-rasm. Kaolinning IQ spektrogrammasi.

21.5. Tahlil imkoniyatlari.

Infraqizil spektroskopik tahlildan quyidagilarni tekshirishda foydalaniladi:

- a) shisha materiallar;
- b) polimerlar;
- c) lak va sir qoplamalar;
- d) tolalar;
- e) kimyoviy birikmalar;
- b) minerallar;
- v) tuproqlar;
- g) qurilish materiallari;
- d) silikat xom-ash'yolar va boshqalar.

Tekshirishdan kuzatilgan maqsad:

1) Birikma, mineralni diagnostika qilish uchun (soni, parchalanishi va polosalarining holati bo'yicha);

2) Moddadagi **murakkab gruppalarning tahlili**

3) Kristall yoki **amorf moddalarning** kristallanish darajasini aniqlash uchun.

4) Yarim miqdoriy kimyoviy tarkibni aniqlash uchun

5) Moddalarning qizdirish va boshqa turli reakstiyalarda o'zgarish jarayonini (yangi modda paydo bo'lishi, fazalar aralashmasi, oraliq mahsulot-lar, dissostiastiya va boshqalar) o'rganish uchun.

7) Mineral strukturasidagi suvning yoki namlikning shakli va turini aniqlash uchun.

8) Strukturaning tartibliligi va tartibsizliligi (tartibsizlik holatida polosalar cho'zilgan va intensivligi pasaygan bo'ladi)ni aniqlash uchun.

9) Fazalar yoki qo'shimchalarning miqdorini aniqlash (juda ham aniq emas) uchun.

10) Polimorf o'zgarishlarni va nuqtalarni hamda Kyuri nuqtalarini (segnetoelektrik- BaTiO_3) aniqlash uchun.

11) Kristall faza yoki shishani (masalan, optik shishalar) bir tarkib-liligini nazorat etish uchun.

22-§. IQ spektrometrik taxlil apparatlari, tuzilishi va qo'llanilish imkoniyatlari.

22.1. Spektrometr va spektrofotometrlar.

Bu usulda qo'llanadigan jixozlar spektrometr yoki spektrofotometr deb ataladi. Ushbu priborlar yordamida nur chiqish intensivligi o'lchanadi va ular detektorli qurilmaga fokusirovka qilinadi. Dispergirlashgan elementning turiga qarab ular uch asosiy klasslarga ajraladi:

1. Prizmali;
2. Difrakstionli;
3. Kombinirovka prizma-difrakstionli.

Gruppa yoki radikallarga oid ma'lumotlar, valent tebranishlarini aniqlashda infraqizil spektroskopik tahlil yaxshi natija beradi. Infraqizil nurlarni yutish va qaytarish spektrlari bilan qattiq modda tarkibidagi kompleks gruppalar va radikallar tuzilishi orasida nazariy bog'liqlik bor. Shu bog'liqlik tekshirilayotgan modda bilan etalon infraqizil spektrlarini solishtirish va boshqa usullar orqali amalga oshadi.

22.2. IQ spektro-fotometr (IQS)

Tekshirish uchun uskunalar. IQ nurlarini o'tkazish, nur qaytarilishi va nur yutishi spektrlari $0,76\div 25$ mk to'lqinlari oralig'ida maxsus IQ spektro-fotometrlarda olinadi (124- rasm).



124- rasm. Bruker Vertex 70 Fure-IQ spektrometri.

Hozirgi kunda IQS-12 (bir kanalli, bir nurli), IQS-14 va IQS-21 (ikki kanalli) jihozlari mavjud. Chet el jihozlaridan: UR lar, ayniqsa

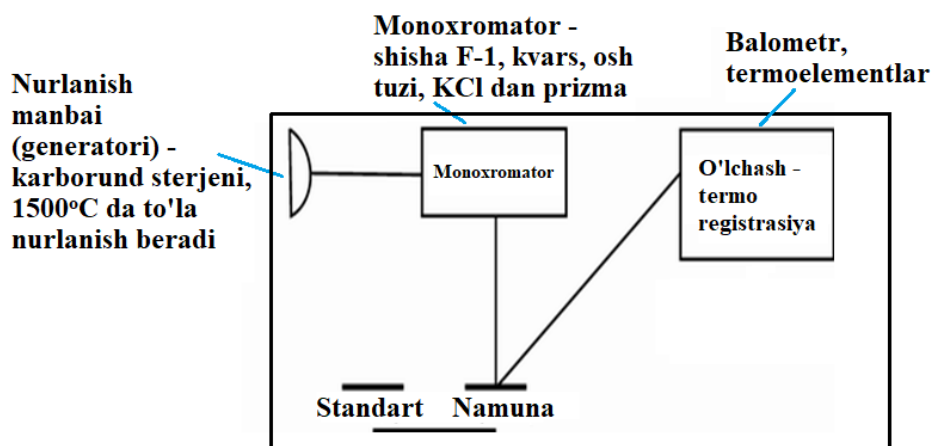
UR-20 (Germaniya) modeliga oid Bekman spektrometrlari qo'llaniladi. Bu apparatlarining yutug'i: 1) yopiq sistema; 2) chastotalarni tez beradi.

Mavjud jihozlarning hammasi ma'lum tekshirish diapazoniga, ko'pincha 1-2 mk ($10000-5000\text{ sm}^{-1}$) dan 25-40 mk ($400-250\text{ sm}^{-1}$)gacha va 50 mk dan 300 mk va undan kattarok (200 sm^{-1} undan kichik)larda ishlashga moslashtirilgan.

Turli firmalarning jihozlari bir-biridan IQ spektrlarini aniq tarzda berishi, ishining stabilligi, spektr olishdagi avtomatik jarayonlari bilan farq qiladi. Turli jihozlarda olingan IQ spektrlarni faqat fotometr xarakteristikasi bir-xil bo'lsa yoki jihoziy xatolar ta'siri xisobga olingan bo'lsagina taqqoslash mumkin.

Spektrometrlar ikki guruhga bo'linadi:

- ✓ **klassik spektrofotometrlar;**
- ✓ **Furye-spektrometrlari.**



125-rasm. Klassik spektrofotometrning soddalashtirilgan konstruksiyasi.

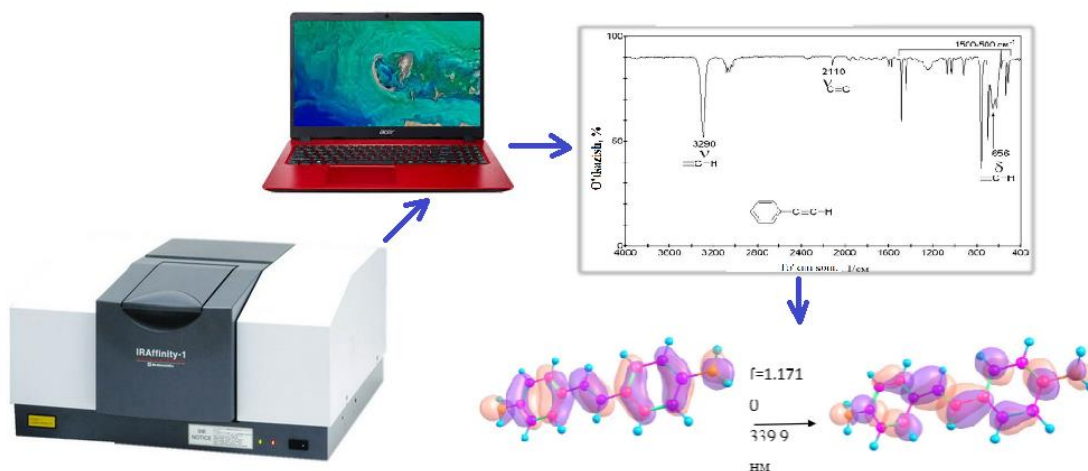
Klassik spektrofotometrning asosiy qismi doimiy issiqlik nurlanish manbai, monoxromator va nurlanishni tanlanmasdan qabul qiluvchisi hisoblanadi (125-rasm). O'rganilayotgan modda bilan kyu-veta (har qanday holatdagi modda) kirish teshigi oldida (ba'zan chiqish teshigi orqasida) joylashtiriladi. Monoxromatorning tarqalish moslamasi sifatida turli xil materiallardan (LiF, NaCl, KCl, CsF va boshqalar) yasalgan prizmalar va diffraktsiya panjarasi ishlatiladi. Turli to'lqin uzunliklarda nurlanishini hosil qilish uchun prizma yoki panjarani aylantirish zarur bo'ladi. Nurlanish manbalari - elektr toki

bilan qizdiriladigan turli xil materiallardan sterjenlar hizmat qiladi. Qabul qiluvchilar: sezgir termopara, metall va yarimo'tkazgichli termistorlar (bolometrlar) va gazli termoregistratorlar (gazli termoregistrator devorining qizishi gazning isishiga va uning registratsiya qilinadigan bosimining o'zgarishiga olib keladi). mahkamlangan Chiqishda - signal normal spektral egri shaklida bo'ladi. Klassik spektrometrlarning afzalliklari: dizaynning soddaligi, arzonligi. Kamchiliklari: signal: shovqin nisbati kichikligi sababli kuchsiz signallarni sezmasligi, bu uzoq infraqizil mintaqadagi tahlilni qiyinlashtiradi; nisbatan past aniqlik o'lchamlari ($0,1 \text{ sm}^{-1}$ gacha), spektrlarni uzoq muddatli yozib olish (bir necha min davom etadi).

22.3. Fur'e-spektrometrlar

Fur'e-spektrometrlarining (126-rasm) kirish va chiqish tirqishlari yo'q, bunda asosiy element interferometr hisoblanadi. Nurlanish manbasidan keladigan nurlar oqimi ikkita nurga bo'linadi va namunadan o'tib, interferensiyaga uchraydi. Nurlar yo'lidagi farq nurlarning birini aks ettiradigan harakatlanadigan oyna bilan farq qiladi. Dastlabki signal nurlanish manbai energiyasiga va namunaning yutish qobiliyatiga bog'liq va ko'p sonli garmonik komponentlar yig'indisi shaklida bo'ladi. Spektrni odatiy shaklda olish uchun, garmonik komponentlar yeg'indisi Fur'e aylantiruvchi o'rnatilgan kompyuter yordamida amalga oshiriladi. **Fur'e spektrometrining afzalliklari:** yuqori signal:shovqin nisbati, tarqaluvchi elementni o'zgartirmasdan keng to'lqin uzunligida ishlash qobiliyati, tezkor (2-5 sek davomida olinadi) spektrni qayd etish, yuqori aniqlikdagi ($0,001 \text{ sm}^{-1}$ gacha) tahlil imkoniyatlari. Kamchiliklari: ishlab chiqarish murakkabligi va yuqori narxidir.

IRAffinity-1 IQ FUR'E spektrometri texnik xarakteristikasi va tuzilishi²³.



126-rasm. IRAffinity-1S fur'e spektrometri

Fur'e o'zgartirgichlar yordamida birinchi spektrlar ilk bora Ru-bens va Vud tomonidan 1910 yilda olingan bo'lib, birinchi tadqiqotlar astronomiya masalalarini echishga, jumladan yulduzlarni spektrlarini va uzoq masofali kuchsiz signallarni o'rganishga moslashtirilgan edi. Hozirgi vaqtda IQ fur'e spektrometrlari ishlab chiqarish, sanoat, medisina, farmasevtika, oziq-ovqat va b. sanoatda materiallar tarkibini o'rganish, uni nazorat qilish va jarayonlarni boshqarish uchun keng qo'llanilmoqda.

22.4. IRAffinity-1S Fur'e spektrometri

IRAffinity-1S fur'e spektrometri - suyuqliklar, gazlar va qattiq namunalarni sifatli va miqdoriy tahlil qilish uchun keng ko'lamli vazifalarni bajaradigan ishonchli, ixcham va foydalanish uchun qulay bo'lgan asbob hisoblanadi (16 jadval).

Mazkur asbob yuqori darajadagi 30.000:1 signal/ shovqin nisbatga va maksimal 0,5 sm^{-1} ruxsat etilgan tasnifga ega.

²³ <http://techob.ru/katalog/katalog-priborov/spektralnyie-analizatoryi/4.6.-ik-fure-spektrometryi/ik-fure-spektrometryi-shimadzu/ik-fure-spektrometr-iraffinity-1.html>

16-Jadval. IRAffinity-1S spektrometri texnik ko'rsatkichlari.

Ko'rsatkich	Parametr qiymatlari
Spektral diapazon	7800 – 350 cm ⁻¹
Optik tizim	Bir nurli
Nurlanish manbai	Yuqoriharoratli keramik manba
Nur ajratish tizimi	KBr plastinasi (Germaniy qoplamali)
Interferometr	Maykel'son tipidagi, nur tushish burchagi 30 grad., dinamik yustirovka va avtomatik quritgich bilan ta'minlangan
Detektor	DLATGS yuqori sezuvchan termostabil detektor
Imkoniyatlari (razresheniye)	0,5; 1; 2; 44; 8 yoki 16 cm ⁻¹
Dasturiy ta'minot	“LabSolutionsIR” dasturi - priborni sozlash, ma'lumotlarni qayta ishlash va yig'ish, miqdor tahlili, spektrlarni shakllanishi, birikmalarning idensifikatsiya qilish yoki spektrlarning standart bibliotekasi va turli sistemalarning spektral fayllarini topish funksiyalari mavjud
Kyuveta bo'limining o'lchamlari	200x230x170 mm
O'lchamlari	514x606x273 mm
O'g'irligi	35 kg

O'rnatilgan avtomat-quritkichning mavjudligi va keramik nurlanish manbai spektrometrni ekspluatatsiya jarayonida qulayliklar yaratib, asbobning uzoq muddatda barqaror ishlashiga imkon yaratadi. Natijalarning barqarorligi va qayta ishlanganligi patentlangan optimal dinamik yustirovka hamda moslanuvchan tutash Maykelson interferometri yordamida amalga oshadi. Ushbu kashfiyoti uchun **Maykelson 1907 yilda Nobel mukofotiga sazovor bo'lgan.**

To'liq sonini aniqligi IQ spektrlarni aniqlashda optik sxemaga yuqori monoxromatik manba nurlanishi (He-Ne) orqali vujudga keladi.

“LabSolutionsIR” dasturi priborni sozlash, ma’lumotlarni qayta ishlash va yig’ish, miqdor tahlili, spektrlarni shakllanishi, birikmalarning idensifikatsiya imkoniyatlari yoki spektrlarning standart bibliotekasi va turli sistemalarning spektral fayllarini topish uchun foydalaniladi.

Bundan tashqari dastur parametrlarning o’zgarishini va menyuga kiritiladigan muxim qo’shimchalardan foydalanishni avtomatik tarzda taniy oladi.

Odatda IRAffinity-1S spektrometr komplektida **suyuq moddalar tahlili uchun kyuvetalar va KBr bilan birga tabletka presslash uskunasi** taqdim etiladi (127-rasm).



127-rasm. IQ-spektrometr uchun qoshimcha uskunalar.

Standart dastur paketiga identifikatsiya moduli va ko’shimchalar tahlili , shu jumladan spektrlar bibliotekasi va “Shimadzu” kompaniyasi tarafidan yaratilgan ma’lumotlarni tahlili qilish algoritmlari qiritilgan. Bu esa namunalardagi ko’shimchalarni juda yuqori aniqlik bilan aniqlashga yordam beradi. Biblitekada 12 000 ortiq toza organik va noorganik moddalar, xamda polimerlar spektrlari mavjud.

“LabSolutionsIR” dasturi 2 asosiy vazifani bajaradi:

1) Qoshimchalar tahlili;

2) Moddalar identifikatsiyasi.

Analitik imkoniyatlarini sezilarli darajada kengaytiradigan ixtisoslashtirilgan konsollar bilan qoshimcha jihozlanishi mumkin:

✓ **Buzilgan umumiy ichki qaytarish pristavkasi (NPVO).**

Turli xil materiallardan (KRS-5, ZnSe, sintetik olmos) prizmalar gorizontal yoki vertikal ravishda joylashtirilgan, mikro-namunalarni tahlil qilish uchun qo'llanilishi mumkin. Bu pristavka namunani maxsus tayyorlashsiz suyuq va qattiq namunalarni, plyonkalarni, rezinalarni tahlil qilishga imkon beradi.

✓ **Yupqa plyonkalarni tahlil qilish uchun (metall yoki kauchuk ustida) kozgu qaytarish pristavkasi.**

Olingan qaytarilish spektri dastur yordamida o'tkazish spektriga aylantiriladi.

✓ **Kukunni tahlil qilish uchun diffuz qaytarilish pristavkasi.**

Kukun holatidagi namunalarni KBr bilan tabletka qilmasdan tahlil qilish mumkin.

- ✓ Uzun gaz kyuvetalari, shu jumladan isitiladigan va korroziyaga chidamli kyuvetalar, qoshimchalarni 1 ppm darajasida aniqlashga imkon beradi.
- ✓ Mikronamunalardan otkazishni o'lchash uchun qurilma (taxminan 200 mikron).

22.5. IQ spektroskopiyaga namunalarni tayyorlash usuli va hususiyati .

Moddalarni tekshirishda IQ- spektroskopiya metodi boshqa fizikaviy metodlardan farqlanib, o'rganilish ob'ektlari va namunalarni tayyorlash metodikalarni turlilari bilan ajralib turadi. Masalan tahlil qilinayotgan modda fizik holatida hech kanday chegaralanmagan, namunalar esa o'zgarmas xolatida bo'ladi.

Gaz va bug'lar mahsus gaz kyuvetalarda o'rganiladi. Kyuveta 10 sm., tsilindr shaklida bo'lib, yonlari shaffof oynalardan tashkil topib,

o'rganilayotgan gazni to'ldirish uchun vakkum kranlar bilan ta'minlangan bo'ladi.

Suyuq namunalarni yoki eritma holatida yoki toza xolatda mahsus suyuqlik kyuvetalarda (qatlam qalinligi bir necha mkm dan mm gacha bo'lishi mumkin) o'rganiladi. 1-10 mg namunani qalinligi bir necha mkm ni tashkil etadi. Oson uchuvchi eritmalar esa germetik kyuvetalarda tahlil qilinadi.

Kyuveta va nur sindirgichlar tayyorlashda o'rta va uzun IQ to'lqinlarni yutilishi sababli optik shishalar qo'llanilmaydi. IQ spektroskoplarda kyuveta va nur ajratish tizimi materiallari sifatida turli tuzlar kristallaridan foydalaniladi. IQ spektroskopiya usulida qo'llaniladigan ba'zi optik materiallarning hossalari 17- jadvalda keltirilgan.

Xlormetan, suv - IQ-spektroskopiyada keng qo'llaniladigan **eritgichlar** hisoblanadi. Oddiy spektrometrlarda eritilgan moddani spektrini eritgichni yutilish chastotasiga yaqin masofalarda olib bo'lmaydi, chunki eritgich o'zining yuqori yutilishiga ega. Shuning uchun, o'rganilayotgan namunalarni to'liq spektrini olish uchun bir necha eritgichlar yordamida tayyorlangan eritmalarini o'rganish zarur.

IQ spektroskopiya usulida suv qulay eritgich hisoblanmaydi, chunki IQ nurlar sohasida shaffof bo'lgan moddalarning suvli eritmaları beqaror bo'ladi, hamda suv o'z yuqori yutilishiga ega. Lekin biologik namunalarni o'rganishda suvning eritgich sifatida ishlatilishi zarur bo'ladi.

Eritgich tanlanayotganda nafaqat uning shaffofligi, balki uning namunaga inertligi, moddani unda erishi, toksikligiga e'tibor berish zarur (masalan, CCl_4 va CS_2 yuqori toksik).

An'anaviy eritgichlarda erimaydigan qattiq moddalar namunalarini IQ spektroskopiya uchun tayyorlashda qiyinchiliklar yuzaga keladi. Qattiq namunalar vazelin yoki KBr bilan aralashtirilib, suspenziyalar olinadi. Ikkala holatda ham, asosiy maqsad – IQ nurni zarralar ichida bir tekis taqsimotini yaratish, nur tarqalishini kamaytirish va modda bilan nur sindirgich korsatkichi yaqin bo'lgan muhitda yorug'lik o'tkazishni ta'minlashdir.

17-jadval. IQ spektroskopiya usulida qo'llaniladigan ba'zi optik materiallar hossalari

Material	Shaffoflik sohasi, mkm (sm^{-1})	Nur sindirish ko'rsatkichi	Qoshimcha ma'lumot
LiF	0,11-7,0 (90910-1429)	1,39	Kislotalarga ta'sirchanligi yuqori
Flyuorit CaF_2	0,12-9,0 (83333-1111)	1,40	Suvda erimaydi. NH_4 tuzlariga sezgir
BaF_2	0,14-12,0 (71430-833)	1,45	Suvda erimaydi.
NaCl	0,20-16,0 (50000-625)	1,52	Suvda eriydi. Spirtlarda kam eriydi.
KBr	0,21-25,0 (47620-400)	1,53	Gigroskopik. Suv, spirt, glicerinda eriydi.
Si	1,5 mkm dan (6667-)	3,40	Ishqor va HF da eriydi. Uzoq to'lqinli sohada material tozaligiga bog'liq
ZnSe	0,5-20 (20000-50)	2,42	Suvga chidamli, kuchli kislotalarda eriydi, HNO_3 da parchalanadi
KRS-5 (TlI-TlBr)	0,55-35,0 (18180-286)	2,38	Yumshoq, iliq suvdagi, isqor, spirt, HNO_3 da yahshi eriydi. Toksik.
Yuqori zichlikdagi polietilen	20,0-200,0 (500-50)	1,52	Yumshoq, eritgichlar ta'siriga chidamli

Qattiq namunalar, shu jumladan silikat probalar IQ spektr tahliliga har xil usul yordamida tayyorlanishi mumkin.

Eng keng qo'llaniladigan usullar:

KBr bilan birga tabletka shaklida presslash.

KBr bilan tabletkalar presslash usuli birinchi marotaba 1952 yilda taklif qilingan. Usulda moddaning maydalangan holda KBr kukuni (yoki boshqa ishqorli metall galogenidi) bilan batafsil aralashtirib, qolipda presslashdan iborat. Natijada yarim-shaffof yoki shaffof tabletka tayyorlanadi. Presslash davomida press formani prokachka qilib, aralashmadan havoni imkon qadar chiqarib yuborish eng yanshi natijalarni beradi.

Tabletka shaklida presslash usulining afzalliklari quyidagilardan iborat:

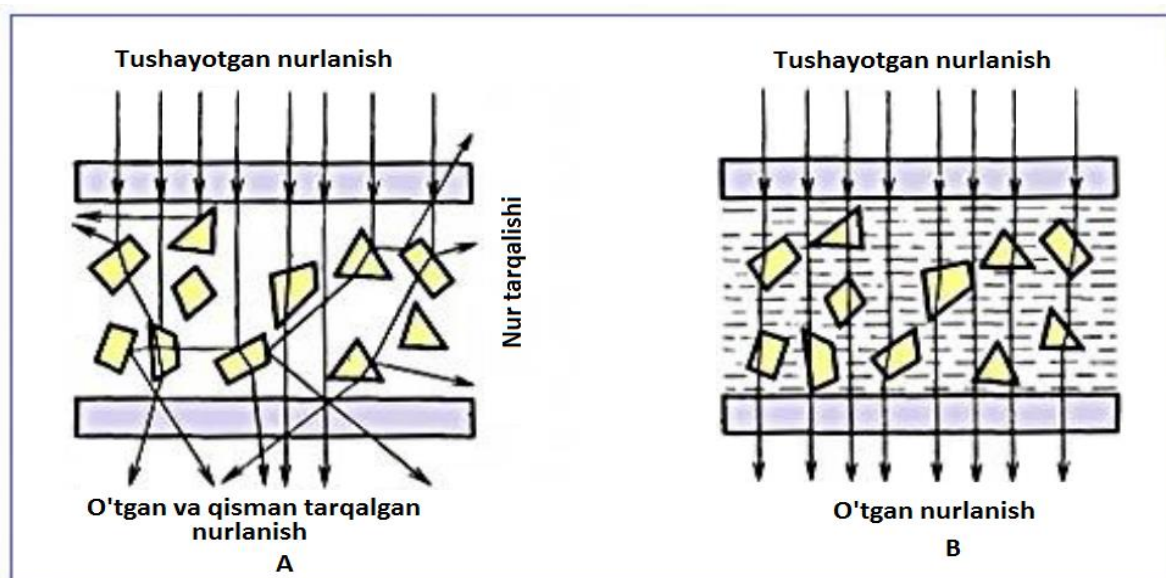
- 1) kopgina xalaqit beradigan yutilish chiziqlari namoyon bo'lmazligi,
- 2) namunaning konsentratsiyasini boshqarish mumkin,
- 3) namunalarni saqlash qulayligi.

Usulning kamchiliklari quyidagilarni o'z ichiga oladi:

- 1) moddani maydalash va presslash paytida polimorf moddalarning kristall tuzilishi o'zgaish imkoniyati,
- 2) spektrlarda gigroskopik KBrda doim mavjud bo'lgan adsorblangan suvni spektr chiziqlari namoyon bo'lishi (1640 va 3450 sm^{-1}),
- 3) ba'zi hollarda KBr o'rganilayotgan modda bilan kimyoviy reaksiyaga kirishi mumkin (masalan, metal-organik birikmalar bilan).

Vazelin moyi yoki boshqa emmirsion muhitda suspenziyalar tayyorlash²⁴. Vazelin moyi (nujol) IQ probalar va suspenziyalarni tayyorlashda keng ishlatiladi (128-rasm), ammo uning asosiy kamchiligi – C-H bog'larining valent tebranishlar ($2800\text{-}3000\text{ sm}^{-1}$) va deformatsion ($1350\text{-}1500\text{ sm}^{-1}$) tebranishlar sohasida yuqori nur yutish koeffisientiga ega. Bu maummoni oldini olish maqsadida xlorli yoki fluorli uglevodorodlardan foydalanish mumkin.

²⁴ Б.Н.Тарасевич Основы ИК спектроскопии с преобразованием Фурье. Подготовка проб в ИК спектроскопии. Москва. 2012- 22 с.



128-rasm. IQ nurlarning modda orqali o'tishi: A – toza modda, immersion suyuqliksiz; B –modda immersion suyuqlik (vazelin) bilan.

Tahlil qilinayotgan moddani zarrachalar o'lchamlari infraqizil nurlanishning to'lqin uzunligidan kichik bo'lishi shart. Buning uchun moddaning ozgina miqdori (odatda 0,5-2 mg dan oshmasligi kerak) mayda kukun etib maydalanadi va vazelin moyi bilan aralashtiriladi, natijada gomogen pasta ehtiyotkorlik bilan tuz oynasiga surtiladi va ikkinchi oyna bilan yupqa qatlamga keltiriladi. Agar kukun yahshi maydalanmagan bo'lsa olingan spektr noaniq va siljatilgan bo'ladi (11-rasm).

Ba'zi hollarda eritmalardan shaffof tagliklarga namunani **cho'ktirish usuli** bilan tayyorlangan plyonkalar yoki suyultmalardan olingan yupqa plenkalari o'rganiladi. IQ spektroskopiya uchun plastik materiallar masalan polimer plenkalari juda qulay ob'ekt hisoblanadi.

Qo'shimcha qurilmalar qo'llash esa kichik monokristallar, tolalar va boshqa mikronamunalarni tahlil qilish imkoniyatini beradi.

18-jadval. IQ spektroskopiya usulida asosiy funksional gruppalarning tebranish chastotasi va intensivligi

<i>To'lqin soni, sm^{-1}</i>	<i>Tebranish turi</i>	<i>Bog'lanish turi</i>	<i>Intensivlik, bir.</i>
3640-3610	Valent O-H	Bepolyar erotgichlarda spirtning suyultmasi	40-70
3530	Assimetrik valent bog'lanmagan NH_2	Birlamchi amidlar eritmasi	130
3415	Simmetrik valent bog'lanmagan NH_2	Birlamchi amidlar eritmasi	120
3305-3270	Valent C-H	Mono almashtirilgan asetilen	100
2963	Assimetrik valent CH_3	To'yingan uglevodorodlar	Har bir CH_3 uchun 150
2872	Simmetrik valent CH_3	To'yingan uglevodorodlar	Har bir CH_3 uchun 90
1820-1650	Valent C=O	Karbonil birikmalar	250-1250
1678-1668	Valent $-\text{C}=\text{C}-$	$\text{RHC}=\text{CHR}'$ (trans)	2
1662-1652	Valent $-\text{C}=\text{C}-$	$\text{RHC}=\text{CHR}'$ (cis)	5-10
1658-1638	Valent $-\text{C}=\text{C}-$	$\text{RR}'\text{C}=\text{CH}_2$	30
1648-1638	Valent $-\text{C}=\text{C}-$	$\text{RHC}=\text{CH}_2$	25-45
1590-1588	Deformasion N-H	CHCl_3 da birlamchi amidlar eritmasi	180-210
1560-1480	Halqa tebranishlari	Arenlar	50-100
1470-1420	Assimetrik deformatsion $-\text{CH}_3$	Alkilbenzod hosilalari	20-50

1335-1310	Assimetrik valent – SO ₂	Alkilsulfonlar	250-600
1280-1150	Assimetrik valent – C-O-C-	Murakkab efirlar	500-1200
1160-1130	Simmetrik valent – SO ₂	Alkilsulfonlar	500-900

22.6. Usulning afzalligi va kamchiliklari.

Infraqizil (IR) spektroskopik taxlil afzalligi:

1. Tekshiruv uchun juda oz miqdorda (1-10 mg) modda olish;
2. Qatlam qalinligi bir necha mikrondan iborat bo'lishi;
3. Tekshiruv uchun olingan namunada yo'qotishlar sodir bo'lmaydi;
4. IQ nurlanishdan tekshirilayotgan moddada kimyoviy va fizikaviy o'zgarishlar sodir bo'lmaydi;
5. Ma'lum gruppalaridagi atomlarning joylashishi, fazaviy holati va umuman juda nozik struktura tahlilini olib borish imkoniyati;
6. Tajriba natijalarining avtomatik ravishda fotoqog'ozga tushirish;
7. Tez parchalanib ketuvchi, o'zgarilishning kichikligidan kristallooptik va rentgenografiyada tutib bo'lmaydigan ba'zi noma'lum kristallarni topish;
8. Moddalarni IQ spektrining hamma to'lqin uzunligida nur sindirish ko'rsatkichini aniqlashga imkon beradi;

Usulning kamchiliklari:

1. Juda oz miqdordagi qo'shimcha (1-5 % dan kam) va ba'zi juda ham kam gruppirovkalarini namoyon etmaydi;
2. Mikdoriy analiz natijalarining yuqori darajada emasligi;
3. IQ nurlarini qaytarish spektrlarini olishni biroz kiyinligi;
4. Reshetkaning ichki tebranishlari bilan anionlar tebranishi o'rtasidagi bog'liqlikni ko'rsata bila olishi;
5. Kristallning maydon kuchlanishini xarakterlovchi koeffitsientlar to'plamini etarli darajada ishonchli emasligi;
6. Qiymati jihatidan yaqin va izomorf o'zgaruvchan atomlarning tebranish chastotalarini idenfikastiyasidagi qiyinchilik.
7. Moddalarni mexanik maydalashda va KBr bilan tabletkalar presslashda struktura o'zgarishi extimoldan holi emas. Yana tekshirilayotgan modda kristallarining KBr bilan aralashib ketishi;

8. Kukunning ba'zi qismlarida nurlanishning har xil o'tirishi natijasida nur qaytarish va yutilishida noaniq effektlarning paydo bo'lishi.

Mavzuga oid nazorat savollar.

1. IQ nuri kim tomonidan va qachon kashf etilgan, hozirgi vaqtda qaerda qo'llaniladi?

2. Infraqizil nurlarni boshqa elektromagnit to'lqinlar bilan solishtiring.

3. IQ spektroskopiyada silikat moddalarni tahlil qilish uchun proba tayyorlash usullari?

4. IQ nurlarni yutish, o'tkazish va qaytarish spektrlari qanday ifodalanadi?

5. Fur'e spektrometrining afzalliklarini keltiring.

6. Jadvalda keltirilgan to'lqin sonlari (chastota) noorganik moddalarning qaysi funksional guruhlarga ta'luqligini aniqlang:

IQ yutilish to'lqin soni	Funksional guruh
900-780, 550-400 va 350 sm^{-1}	
1250-1000, 650-610 va 450 sm^{-1}	
1100-900, 830-740 va 500-400 sm^{-1}	
1450-1410, 880-860 va 740-680 sm^{-1}	
1300-1150, 1050-900 va 780-660 sm^{-1}	

Mavzuga oid testlar:

1. **Normal Infraqizil nurlanish silliqilgan modda yuzasiga tushganda:**

A. Tekshirilayotgan moddaning strukturasini va qattiqligini o'zgartiradi.

B. Silliqlangan modda yuzasi qizadi va undan elektronlar ajralishni boshlaydi.

C. Modda zarrachalarida yutiladi va rentgen nurlariga aylanadi.

- D. Tekshirilayotgan moddaning zarrachalaridan to'liq qaytadi.
- E. Modda zarrachalarida yutiladi, yoyiladi va qaytadi.

2. Infraqizil spektroskopik taxlilning afzalliklari:

- A. Juda oz miqdorda modda kerak bo'ladi.
- B. O'rganilayotgan namunada kimyoviy va fizikaviy o'zgarishlar sodir bo'ladi.
- C. Yutilish spektralirining o'lchashni qiyinligi.
- D. Moddalarda gruppalaridagi atomlar joylashishini aniqlab bo'lmaydi.
- E. Tekshirilayotgan moddaning zarrachalaridan qisman qaytadi.

3. Infraqizil spektroskopiya usuli apparatlari:

- A. Termometr.
- B. Difraktometr DRON-4.
- C. Derivatograf.
- D. Spektrometr IQS-14.
- E. Rentgen fluoressent mikroskop.

4. Infraqizil nurlanish kim tomonidan va qachon ochilgan?

- A. 1910 yil, Bregg tomonidan ochilgan.
- B. 1895 yil, Rentgen tomonidan ochilgan.
- C. 1900 yil, Vulf tomonidan ochilgan.
- D. 1800 yil, Gershel tomonidan ochilgan.
- E. 1995 yil, Rentgen tomonidan ochilgan.

5. Infraqizil nurlanish moddalardagi qanday zarrachalar bilan muloqotda bo'ladi?

- A. Faqat musbat zaryadli zarrachalar bilan
- B. Faqat atomlardagi elektronlar bilan.
- C. Faqat molekula yoki molekuladagi atomlarning guruxlari bilan.
- D. Faqat manfiy zaryadlangan zarrachalar bilan.
- E. Infraqizil nurlanish moddalardagi protonlarga ta'sir etadi

6. Infraqizil nurlanishni:

- A. To'liq uzunligi- 0,76 dan 1000 mikron gacha
- B. To'liq uzunligi- 0,40 dan 0,76 mikron gacha.
- C. To'liq uzunligi- 0,06 dan 0,6 mikron gacha.
- D. To'liq uzunligi- 1000 dan 2000 mikron gacha.
- E. To'liq uzunligi- 0,1-0,5 mikron gacha.

7. Spektral taxlil tushunchasi

- A. Moddaning magnit xususiyatlarini aniqlash usuli.

- B. Moddaning optikaviy spektri bo'yicha kristall panjarasining
- C. aniqlash usuli.
- D. Moddalarning kimyoviy tarkibini ularning nur sindirish ko'rsatkichi bo'yicha aniqlash usuli.
- E. Moddalarning optikaviy spektri bo'yicha kimyoviy elementar tarkibini aniqlash usuli.
- F. Moddalarning termik xususiyatlarini aniqlash usuli.

8. Infraqizil nurlar hossalari

- A. Termo effektga ega
- B. Yuqori energiya va singib ketish qobiliyatiga ega
- C. Fotoeffekt qobiliyatiga ega
- D. Moddalarning kimyoviy tarkibini o'zgartirish qobiliyatiga ega
- E. Ko'z bilan ko'rinadigan nurlar

9. Infraqizil taxlil nima haqida ma'lumot beradi?

- A. Moddaning kimyoviy va mineralogik tarkibi haqida
- B. Kristallardagi tekisliklararo masofa haqida
- C. Moddada mavjud bo'lgan molekula va koordinatsion gruppirovkalar haqida
- D. Nanokukunlarda zarrachalar o'lchamlari haqida
- E. Moddaning qattiqligi va nur sindirish ko'rsatkichi haqida

10. Silikatlarni o'rganishda infraqizil nurlanishning qaysi soxalari qo'llaniladi?

- A. 2 mikron - 1000 mikron
- B. 1 mikron - 40 mikron
- C. 0,40 mikron - 0,76 mikron.
- D. 400 mikron – 760 mikron.
- E. 0,04 mikron - 0,007 mikron.

11 Fur'e - IQ spektrometrlar yordamida birinchi spektrlar kim tomonidan olingan?

- A. 1910 yil, Rubens va Vud tomonidan yulduzlarni spektrlari o'rganilgan.
- B. 1895 yil, Rentgen tomonidan ochilgan.
- C. 1900 yil, Vulf tomonidan ochilgan.
- D. 1950 yil, Kurnakov tomonidan ochilgan.
- E. 1995 yil, Rentgen tomonidan ochilgan.

12 Fur'e -aylantiruvchi IQ spektrometrlar afzalliklari?

- A. Yutilish spektrlari murakkabligi va ularni taxlil qilish qiyinligi

- B. Keng to'lqin uzunligida, tezkor va yuqori aniqlikdagi taxlil imkoniyatlari
- C. Namunani gaz holatiga o'tkazish kerakligi
- D. Yuqori harorat talab etadi va yuqori aniqlakda moddalar element taxlilini bajaradi
- E. Past harorat talab etadi va yuqori aniqlakda moddalar element taxlilini bajaradi

13 Qattiq namunalarni IQ spektrini olish uchun proba tayyorlash

- A. Namunani maydalash va KBr bilan tabletka presslash yoki vazelin moyi bilan suspenziya tayyorlash
- B. Namunani maydalash va yuqori haroratda qizdirish
- C. Namunani ho'l yoki quruq usulda maydalash, elektronlar yordamida parchalash
- D. Namunani spirt bilan aralashmasini yondirish, maydalash, titrlash

- E. Qattiq namunani maydalash va eritgichda eritish

14. IQ spektroskopiyada qanday holatdagi namunalarni taxlil qilish mumkin?

- A. Faqat suyuq holatdagi namunalarni
- B. Gaz, suyuq va qattiq holatdagi moddalarni
- C. Faqat gaz holatdagi namunalarni
- D. Faqat qattiq holatdagi namunalarni
- E. Hamma moddalarni qizdirib, gaz holatida taxlil qilish mumkin

15. IQ spektrometrlarda kyuveta va optik tizimlar qaysi materialdan tayyorlanadi?

- A. Optik shisha
- B. NaCl, KBr va boshqa tuzlar
- C. Metall va metal qotishmalar, yarim o'tkazgichlar
- D. Organik va noorganik moddalar
- E. Kvarts minerali, yarim o'tkazgichlar

16. IQ nurlanish moddaga qanday ta'sir krsatadi?

- A. Modda molekulalari yoki ionlarining aylanma va tebranma harakati tezlashadi
- B. Modda molekulalari atomlarga parchalanadi va har bir atom o'zining spektrini hosil qiladi
- C. Atomlardagi elektronlari ishki qobiqdan tashki qobiqga o'tadi
- D. Modda molekulalarida hech qanday o'zgarishlar sodir bo'lmaydi

E. Moddaning tashqi ko'rinishi o'zgarmaydi, lekin kristall panjarasi o'zgaradi

17. Molekulalardagi valent tebranishlar qanday bo'ladi?

- A. Kimyoviy bog'lar o'rtasidagi burchaklar va masofalar o'zgarishi kuzatiladi
- B. Kimyoviy bog'lar o'rtasidagi burchaklar o'zgarishi kuzatiladi
- C. Zarrachalarning valentligi o'zgarishi kuzatiladi
- D. Zarrachalarning valentligi oshadi
- E. Atom yoki ionlar o'rtasidagi masofa o'zgarishi kuzatiladi

18. Molekulalardagi deformatsion tebranishlar qanday bo'ladi?

- A. Kimyoviy bog'lar o'rtasidagi burchaklar va masofalar o'zgarishi kuzatiladi
- B. Kimyoviy bog'lar o'rtasidagi burchaklar o'zgarishi kuzatiladi
- C. Zarrachalarning valentligi o'zgarishi kuzatiladi
- D. Zarrachalarning valentligi oshadi
- E. Atom yoki ionlar o'rtasidagi masofa o'zgarishi kuzatiladi

19. Nima uchun IQ spektroskopiyada kyuvetalar shishadan emas, KBr dan tayyorlanadi?

- A. KBr infraqizil nurlarni yutmaydi, optik shisha IQ nurlarni yutadi
- B. KBr infraqizil nurlarni yutadi, optik shisha IQ nurlarni yutmaydi
- C. Infraqizil nurlar ta'sirida KBr parchalanadi
- D. Infraqizil nurlar ta'sirida shisha parchalanadi
- E. Infraqizil nurlar ta'sirida shisha qorayib qoladi

20. IQ nurlanush ta'sirida molekulalar energiyasi o'zgaradimi?

- A. Molekulalar energiyasi o'zgarmaydi
- B. Molekulalar energiyasi kamayadi
- C. Molekulalar energiyasi kamayadi va ular qattiq holatga o'tadi
- D. Molekulalar energiyasi oshadi
- E. Molekulalar energiyasi o'zgarmaydi, lekin kristal panjara buziladi

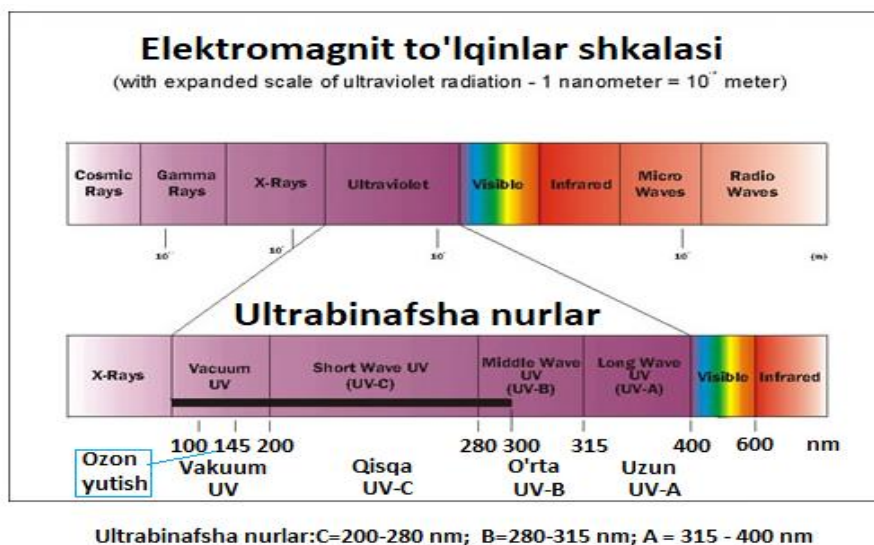
23-§. Ultrabinafsha (uv) spektroskopik taxlil usullari

23.1. Ultrabinafsha (UV) tahlil usullari.

Ultra-binafsha nurlar (UV) – bu tegishli optik diapazondagi elektromagnit to'liqlar: UV C – to'liqin uzunligi 200-280 nm bolgan qisqa to'liqlar; UV B – to'liqin uzunligi 280-320 nm o'rta to'liqlar; UV A – 320-400 nmli uzunlikdagi uzun to'liqlar (129-rasm).

Ultrabinafsha (UV) spektroskopiya - bu ultrabinafsha nurlar ta'sirida moddani emissiya (o'tkazish), yutish va qaytarish spektrlarini olish, o'rganish va qo'llashni o'z ichiga olgan optik spektroskopiya usuli.

UV-spektrometrlarda boshqa spektrometrlardan ularoq shisha optik detallar kvarsdan yasalgan bo'ladi (UV to'liqlarni yutmaydigan shisha). Kopincha UV-spektrometrlar yordamida materiallarning flyuorescentiyasi o'rganiladi.

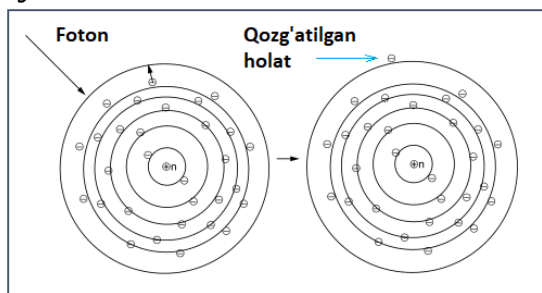


129- rasm. Ultra-binafsha nurlar to'liqin uzunliklari va turlari (UV).

Ultrabinafsha va ko'rinadigan spektr diapazonlardagi foton energiyasi yuqori (1,7-100 eV yoki 100 dan 730 nm gacha)²⁵, molekulalarning elektronlarini oddiy holatdan qo'zgatilgan holatga o'tkazish uchun etarli hisoblanadi – bu esa o'z navbatida elektronlarni o'z elektron qobig'idan tashqari qobig'ga o'tishi bilan kuzatiladi (130-rasm).

²⁵ Дж. Маан, В. Спайсер, А. Либш и др. Электронная и ионная спектроскопия твердых тел / Л. Фирмэнс, Дж. Вэнник, В. Декейсер. — М.: Мир, 1981. — 467 с.

Ushbu holatlar o'rtasidagi energiya farqi kvantlangan bo'ladi, shuning uchun molekulalar faqat aniq energiyaga ega bo'lgan fotonlarni yutadi.



130-rasm.

Foton ta'sirida elektron qo'zg'atilgan holatga o'tishi.

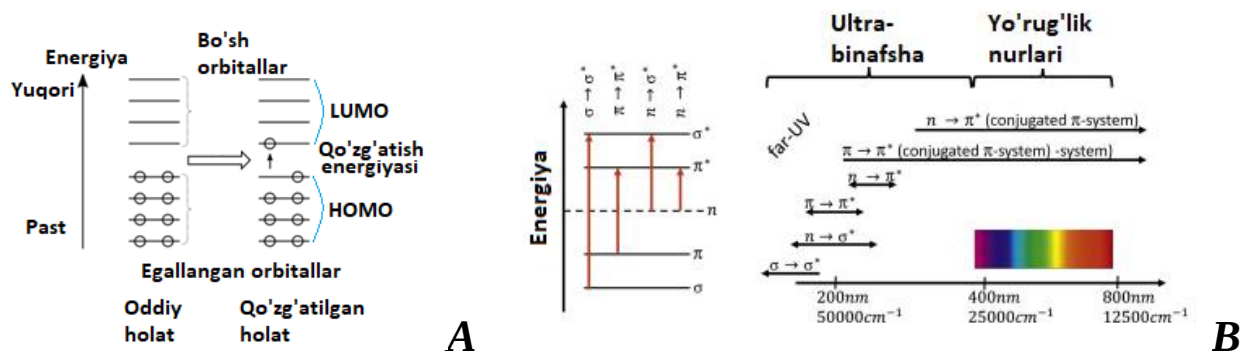
Absorbsion spektroskopiyasi flyuorescent spektroskopiyasini to'ldiradi, bunda flyuorescent tahlilda elektronlarni qo'zg'atilgan holatdan oddiy holatga o'tishlari; absorbtsiya usullarida esa oddiy holatdan qo'zg'algan holatga o'tishni o'rganadi²⁶.

UB nurlarni barcha organik moddalar yutadi – ular odatda 190–730 nm oralig'ida to'lqin uzunliklarda, asosiy guruhlar esa - 200 dan 380 nm gacha nurlarni yutadi. Ushbu sohalarida prizma va kuvettalarni ishlab chiqarish uchun ishlatiladigan optik materiallar UB nurlar uchun shaffof bo'lishi kerak.

190 nm dan kichik bo'lgan to'lqin uzunligi (*vakuumli ultrabinafsha*) ishlash uchun kamroq qulaydir, chunki bu sohada havoning tarkibiy qismlari - kislorod va azot elementlari UB nurlarni yutadi. Shuning uchun bu holatlarda ishlash uchun maxsus vakuum kameralari ishlatiladi, bu laboratoriya amaliyotini murakkablashtiradi, lekin bu usul dielektriklarni organishda zarur bo'ladi.

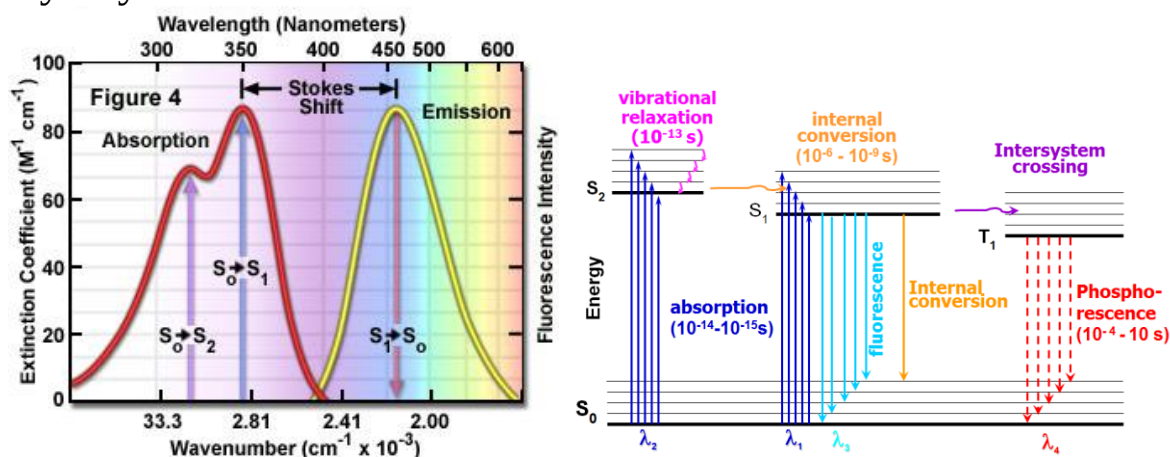
Molekulalardagi bog'langan va bog'lanmagan elektronlar (n-elektronlar) ultrabinafsha yoki ko'rinadigan yorug'lik nurlari energiyani o'zlashtirish natijasida past energetik (*bog'langan, HOMO*) holatdan band etilmagan yuqori energetik molekulyar orbitalarga (*LUMO*) qo'zg'atilishi mumkin. Elektronlar qanchalik oson qozg'atilsa (ya'ni HOMO va LUMO o'rtasidagi energiya farqi kam bo'lsa), yutilayotgan nurning to'lqin uzunligi shunchalik katta bo'ladi (*HOMO- highest occupied molecular orbital, LUMO -lowest unoccupied molecular orbital*). Elektron o'tishlarning to'rt turi mavjud ($\pi - \pi^*$, $n - \pi^*$, $\sigma - \sigma^*$ va $n - \sigma^*$) va ularni energiyasi bo'yicha quyidagicha tartiblash mumkin: $\sigma - \sigma^* > n - \sigma^* > \pi - \pi^* > n - \pi$ (131-rasm).

²⁶ Skoog, Douglas A.; Holler, F. James; Crouch, Stanley R. (2007). Principles of Instrumental Analysis (6th ed.). Belmont, CA: Thomson Brooks/Cole. pp. 169–173. [ISBN 978-0-495-01201-6](#).



131-rasm. Molekulalardagi electron orbital: ultrabinafsha (UV) va yo'rug'lik nurlari ta'sirida elektronni past (HOMO) orbitaldan bo'sh yuqori (LUMO) orbitaliga o'tishi (A) va yutiladigan nurlarning to'liq uzunliklari (B).

Tadqiqot uchun zarur bo'lgan moddalar miqdori oz - taxminan 0,1 mg etarli bo'lganligi sababli, UB spektroskopiyasi organik va noorganik birikmalarni o'rganish uchun eng keng tarqalgan fizik-kimyoviy usullardan biri hisoblanadi.



132-rasm. Moddalarda lyuminessensiya hodisasi: lyuminessensiya qo'zg'atuvchi - 300-350 nm to'liq uzunlikga ega UB nurlanish; qozg'atilgan holatdan odatiy holatga tushish natijasida fluoressensiya (qisqa muddatli nur chiqarish, 10^{-9} sek) yoki fosforessensiya (uzoq muddatli nur chiqarish, 10^{-1} sek).

Moddalarda spektr qo'zg'atuvchi sifatida UB nurlanish ta'sir etganda uning tashqi qatlamdagi elektronlari yuqori energetik pog'onaga o'tadi. Qozg'atilgan holatdan odatiy holatga qaytish (elektronlar o'z electron qobig'iga tushadi) **natijasida fluoressensiya (qisqa muddatli nur chiqarish, 10^{-9} sek) yoki fosforessensiya (uzoq muddatli nurlanish, 10^{-1} sek) hodisasi namoyon boladi (132-rasm).**

Moddaning uzoq yoki qisqa vaqt nurlanishi uning elektron tuzilishiga bog'liq bo'ladi.

23.2. Lyuminessensiya va uni aniqlash usullari.

Luminescent tahlil ultrabinafsha nurlanish ta'sirida asosan qattiq va suyuq namunalarning fluorescentsiya va fosforessensiya hodisasini o'rganishga asoslangan.

Fotofluorestsensiya - keng tarqalgan tahlil usuli hisoblanadi. Bu usulda simob lampasining ultra binafsha nurlari qora binafsha rangli (uviolet) shisha sveto-filtrdan o'tkazilib, namunaga yuboriladi. Sveto-filtr ko'zga ko'rinmaydigan 365 nm to'lqin uzunliguda ultrabinafsha nurlarini o'tkazib, yorug'lik nurlarini o'tkazmaydi. Ultrabinafsha nurlar ta'sirida namuna yoki uning ba'zi komponentlari (aralashma, mineral-lar, kukunlar) xarakterli yorug'lik nurlarini o'zidan chiqaradi va porlay boshlaydi. Bu porlashning rangi va uning intensivligi sifat va miqdoriy tahlilni amalga oshirishga imkon beradigan analitik xususiyatlardir. Ba'zi hollarda fluorescentsiya emissiyasining spektral parchalanishi ham qo'llaniladi.

Fluorescentsiya hodisasi uning analitik imkoniyatlarini aniqlaydigan quyidagi xususiyatlar bilan tavsiflanadi. Qisqa to'lqinli nurlar ta'sirida namuna moddaning tarkibida bo'lgan lyuminescent molekulalarning elektron qobiqlari qo'zg'aladi; shuning uchun qo'zg'alish nurlanish o'rganilayotgan molekulalarning yutilish chiziqlari ichida bo'lishi kerak. Qo'zg'atilgan molekulalar o'zidan yorug'lik chiqara boshlaydilar, chiqarilayotgan nurlarning spektrlari maksimumi yutilish spektriga nisbatan uzun to'lqinlarga yo'naltiriladi; natijada odatda lyuminescensiya spektrining to'lqin uzunliklari qo'zg'atuvchi nurning to'lqin uzunligidan uzunroq bo'ladi. Shu bilan birga, ma'lum bir sharoitda moddaning molekulalari tomonidan so'rilgan energiyaning bir qismi nurlanishdan oldin molekulalarning boshqa energetik pog'onalari bo'yicha taqsimlanishi natijasida uning fluorescensiyasi keskin kamayib ketadi. Fluorescensiyani kamayish hodisasi lyuminescent moddaning hos-salari va eritmadagi erituvchining hossaloriga bog'liq bo'lib, suyuqlikda lyuminescent moddaning konsentratsiyasi yuqori bo'lganda kuchli rivojlanadi (konsentratsiyali to'xtatish).

23.3. Moddalarning ultrabinafsha spektrlari.

Luminessensiya usulida modda tarkibidagi kamyob d-metal-larni aniqlash mumkin:

3 valentli Lantanoidlar guruhi elementlari: Sm, Eu, Gd, Tb, Dy lar 200-300 nm to'liqin uzunligida UB nur ta'sir ettirilganda kuchli flyurestsensiyaga ega. Pr, Nd va Sm, Dy ning diffusion polosalarni ancha kichikroq intensivlikga ega (19-jadval).

Lyumenescent materiallar lampa, lazer va diodlar ishlab chiqarishda keng qo'llaniladi. Hozirgi vaqtda sariq, qizil, ko'k, hamda turli ranglar kombinatsiyasi (quyosh nuriga yaqin²⁷) spektrlarda nurlanadigan lyumenescent silikat materiallar ustida tadqiqotlar olib borilmoqda (133-rasm).



133-rasm. Lyumenescent moddalar.

19 jadval. 3 valentli Lantanoidlar guruhi elementlari UB nurlanish spektrlari

Ion	Nurlanish spektri	Ionni aniqlash miqdori
Ce^{3+}	315—407 nm Havorang nurlanish	10 %-li eritmalarda, miqdori eritmada 1—5 mkg/ml
Tb^{3+}	Sariq-yashil nurlanish	10 %

²⁷ <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022231315002653>. Synthesis and luminescence characteristics of Dy^{3+} doped $\text{KLa}(\text{PO}_3)_4$.

	490, 545, 590, 620 и 650 nm	
Gd³⁺	310 nm	10 %
Eu³⁺	Qizil flyorescensiya 593, 616 va 695 nm	0,01%
Eu²⁺	Ko'k-binafsha nurlanish 420 nm	0,01%
Pr³⁺	225—320 nm (max 240, 275 nm –UB nurlanish); 450-530 nm (max 485 nm – havorang nurlanish)	kuchsiz
Sm³⁺	560, 595 va 640 nm Qizil-sariq nurlanish	
Dy³⁺	472, 489 - ko'k 571 va 665 nm - sariq	

23.4. Silikat moddalarning ultrabinafsha spektrlarini or'ganish keyslari.

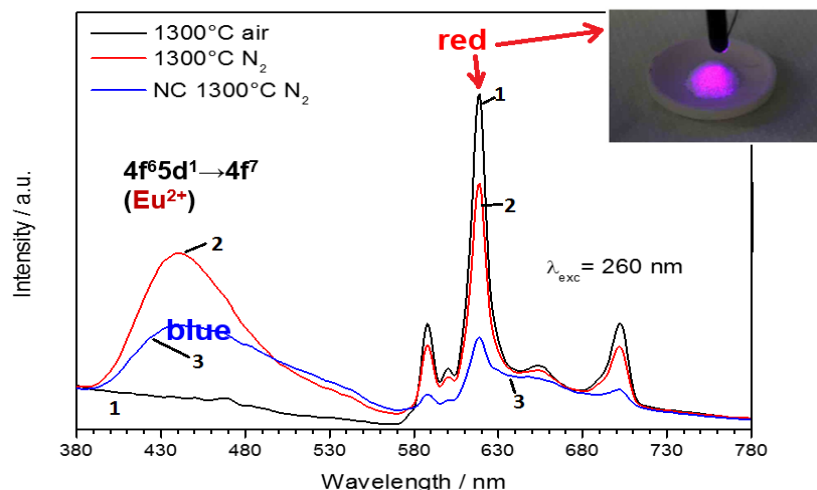
CASE STUDY № 1²⁸.

Evropiy ionlari bilan activlashtirilgan gelenit strukturali **Ca_{2-2x}Eu_{2x}Al(Al_{1+2x}Si_{1-2x}O₇)** modda lyuminescent hossalarga ega. Lyuminessensiya aktivatori etib Evropiy ionlari hizmat qiladi (0,1-0,3 %). Bunda turli atmosfera muhitida sintez olib borish natijasida kuchi qizil lyuminofoor va ikkita spektrda nurlanadigan (binafsha-ko'k va qizil) lyuminofoor sintez qilingan.

Sintez jarayoni to'liqligini va lyuminessensiya intensivligini muhitga bog'liqligi o'rganish natijalari 134-rasmda keltirilgan. Bu erda №1 spektrda havoda olib borilgan sintez maxsulotida kuchli **qizil diapazonda lyuminessensiya** hodisasi kuzatilgan (620 nm), lekin deyarli ko'k diapazonda nurlanish namoyon bo'lmagan. Lekin sintez sharoitlarini o'zgartirish natijasida (azot muhitida) qaytaruvchi muhit hosil bo'ladi va Evropiyni ma'lum qismi Eu³⁺ dan Eu²⁺ ion holatiga o'tadi.

²⁸ Bernardo E., Fiocco L., Parcianello G., Storti E., Colombo P. Advanced ceramics from preceramic polymers modified at the nano-scale: A review.// Materials. 7. – 2014. – P. 1927-1956.

Eu³⁺ ionlari qizil diapazonda, Eu²⁺ ionlarni esa **ko'k diapazonda lyuminofo**r hisoblanadi. №2 spektral chiziqda azot muhitida 1300 °C da sintez qilingan moddani lyuminessensiyasi 2ta diapazonda: intensiv nurlanish qizil diapazonda (620 nm) va o'rta intensivlikda binafsha-ko'k (440 nm) diapazonda namoyon boladi. Bu esa yangi turdagi ikki diapazonda nurlanadigan lyuminofo r olinishga imkoniyat beradi.



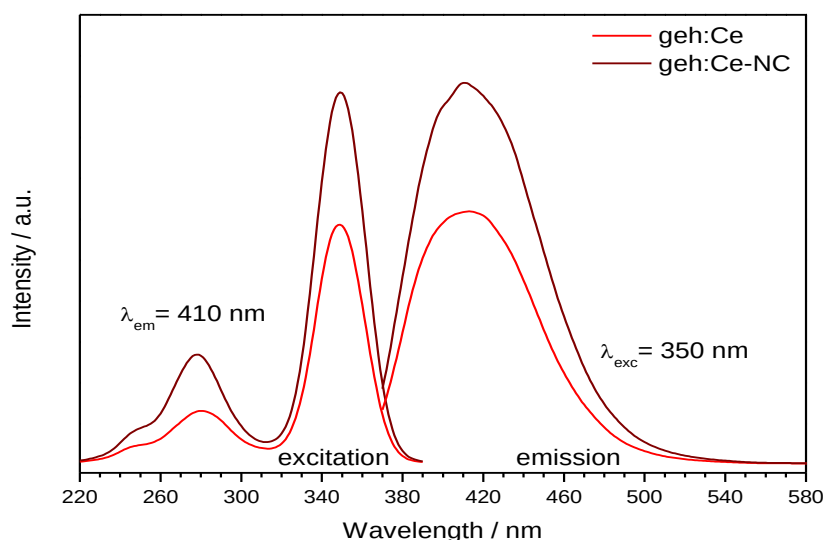
134-rasm. Eu ionlarni bilan aktivlashtirilgan gelenit UB spektrlari (qo'zgatish to'liqin uzunligi 260 nm, UV-C qisqa ultrabinafsha nurlar): 1 – 1300°C havoda; 2 -1300°C azot muhitida sintez qilingan namunaning UB spektri .

Lyuminescent tahlil 260 nm ultrabinafsha nurlar ta'sirida bajarilgan. 620 nm to'liqin uzunligidagi spektrdagi piklar Evropiy (III) ionidagi elektronlarni d-qatlamdan f-qatlamga o'tishi bilan bog'liq: $^5D_0 \rightarrow ^7F_1$ (590 nm), $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$ (620 nm), $^5D_0 \rightarrow ^7F_3$ (655 nm). Ko'k-binafsha diapazonda nurlanish (400-410 nm) Eu (II) ionlaridagi electron o'tishlar bilan bogliq boladi: $4f^65d \rightarrow 4f^7$.

CASE-STUDY №2

Ceriy ionlari bilan aktivlashtirilgan gelenit **Ca_{1.95}Ce_{0.05}Al_{2.05}Si_{0.95}O₇** birikmasining lyuminessent tahlil natijalari 135-rasmda keltirilgan. Bu moddada 420 nm to'liwin uzunligida kuchli binafsha-ko'k rangli lyumenessensiya hodisasi kuzatiladi ²⁹.

²⁹ Ronda C.R. Luminescence: from Theory to Applications. – Germany, Wiley-VCH GmbH. Weinheim. - 2007.



135-rasm. Ceriy ionlari bilan aktivlashtirilgan gelenit birikmasining lyuminessent tahlili: qo'zgatish yaqin UB nurlari (350 nm); emissiya binafsha-ko'k diapazonda (420 nm).

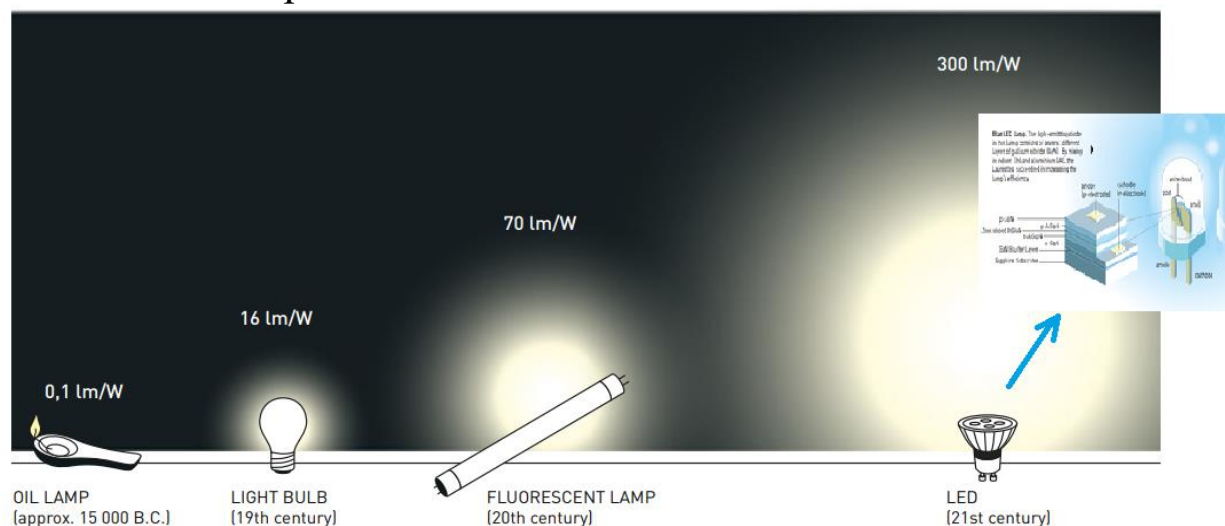
CASE-STUDY №3³⁰

Lyuminessent materiallar qo'llanilish sohasi kundan kunga kengayib bormoqda. Jumladan, Yaponiyalik olimlar Isamu Akasaki, Hiroshi Amano and Shuji Nakamura (AQSh) 2014 yilda ko'k rangli yuqori effektiv LED-diodlar yaratish ustida olib borgan ilmiy ishlari uchun fizika bo'yicha Nobel mukofoti sovrindori hisoblanadi. Qizil va sariq rangli lyuminessensiya 1950 yillardan beri ma'lum bo'lib, kal'kulyator, elektron soatlar displeylarida keng qo'llanilgan. Lekin odamning ko'ziga maq'ul bo'lgan oq yo'rug'lik nuriga yaqin diapazonda nurlanish hosil qilish uchun uchinchi rang – ko'k rangli diodlar zarur bo'lgan. Ko'k, yashil va qizil ranglar summasida – oq nurlanish hosil bo'ladi. Ko'k rangni hosil qilish uchun tadqiqotchilar 1986 yildan boshlab yuqori tozalidagi Galliy nitridi kristallarini o'stirish texnologiyasini rivojlantirib, bu material asosida ko'k diapazonda yuqori emissiyaga erishishdi.

21 asrda butun jahon bo'yicha keng qo'llanilayotgan kam energiya talab etadigan yuqori effektiv LED lampalarida uchta rang – qizil, yashil va ko'k rang kombinatsiyasi qo'llanilib, odamga oq rang bo'lib korinadi. Bu lampalarni elektr ta'minoti bo'lmagan joylarda (quyosh

³⁰ <https://www.nobelprize.org/uploads/2018/06/popular-physicsprize2014-1.pdf>

energiyasidan foydalanib), uzoq hududlarda, uzoq vaqt davomida qo'llash mumkin (136-rasm). Bundan tashqari tadqiqotchilar tomonidan ko'k rangli diodni guruch donasidek kichik o'lchamda olib, uning asosida ko'k rangli lazerlar ishlab chiqarish yolga qoyildi. Bu esa yuqori hotira, tezlik va tiniqlikda ishlaydigan lazer printerlarni rivojiga olib keldi. Ushbu kashfiyotning qo'llanilish sohalari cheksiz: unga yaqin bo'lgan ultrabinafsha LED lar zararlangan suvlarni viruslardan tozalash uchun qo'llanilishi mumkin.



136-rasm. Yoritish lampalari evolutsiyasi: sham chiroqdan LED lampalarigacha.

24-§. UV va UV-VIS spektrometrik taxil apparatlari, tuzilishi va qo'llanilish imkoniyatlari.

24.1. Ultrabinafsha-yo'rug'lik spektroskopiya apparatlari

Ultrabinafsha-yo'rug'lik spektroskopiyada ishlatiladigan apparat UV-VIS spektrofotometr deyiladi (137-rasm). Unda namunadan o'tgan yorug'lik intensivligini (I) o'lchanadi va namunaga tushgan nur intensivligi (I_0) bilan taqqoslanadi. I / I_0 nisbati o'tkazuvchanlik deb nomlanadi va odatda foiz bilan ifodalanadi (% T). Absorbsiya, yutilish A , o'tkazuvchanlikka teskari bo'ladi va quyidagi formula bilan ifodalanadi:

$$A = - \log (\% T / 100 \%)$$

UV-Vis spektrofotometrni qaytarish spektrlarini yozish uchun ham sozlanishi mumkin. Bunday holda, spektrofotometr namunadan qaytgan yorug'lik intensivligini (I) o'lchaydi va solishtirish etalon materiali (masalan, oq plitka)dan qaytgan nurlar intensivligi (I_0) bilan taqqoslaydi. I / I_0 nisbati aks qaytarish deb ataladi va odatda foiz sifatida ifodalanadi (% R).

24.2. Yorug'lik manbasi

UV-spektrlar qo'zg'atish uchun yorug'lik manbasi sifatida:

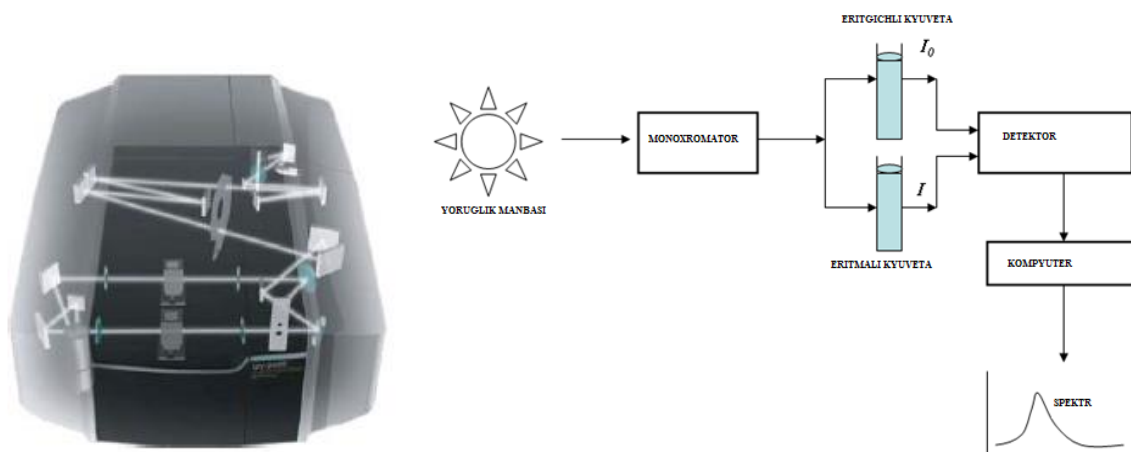
- alanga, tok dugasi, razryad, chaqmoq, hamda deyteriy (100-400 nm), ksenon (160-2000 nm) va b. gaz-razryad lampalar.
- ba'zilar 3000 K gachan qizdirilgan qattiq jismlar qo'llaniladi (volfram lampalari – 300-2500 nm) lampalari (lentali nurlagich, duga razryadli sferali anodli).
- chiziqli spektr hosil qiluvchilar sifatida turli konstruksiyali spektral lampalar ishlatiladi. UB-oblastda nurlanadigan lazerlar ham qollaniladi.

Yo'rug'lik manbasidan chiqqan to'liq yorug'lik spektri filtdan o'tadi va monoxromatordan tushadi, bu erda alohida to'lqin uzunlikdagi nurlar ajratilib olinadi va ikki nurli asbobda (137-rasm) yorug'lik nuri namunaga etib borguncha ikkita nurga bo'linadi. Solishtirma sifatida bitta nur ishlatiladi; boshqa nur namunadan o'tadi. Solishtirma nurning intensivligi 100% deb qabul qilinadi (o'tkazish yoki yutilish) va aniqlangan o'lchov ikki nurning intensivligining nisbatini belgilaydi. Ba'zi ikki nurli spektrfotometrlarda ikkita detektor (fotodiod) o'rnatiladi, bunda namuna va etalonda bir vaqtda tahlil bajariladi va yozib olinadi. Boshqa asboblarda, ikkita nur birdan bir nurni to'sib turadigan nurni maydalagich orqali o'tadi. Detektor yoki namunani yoki etalonni spektrini o'lchaydi.

24.3. UV-Vis spektrfotometr tarkibiy qismlari

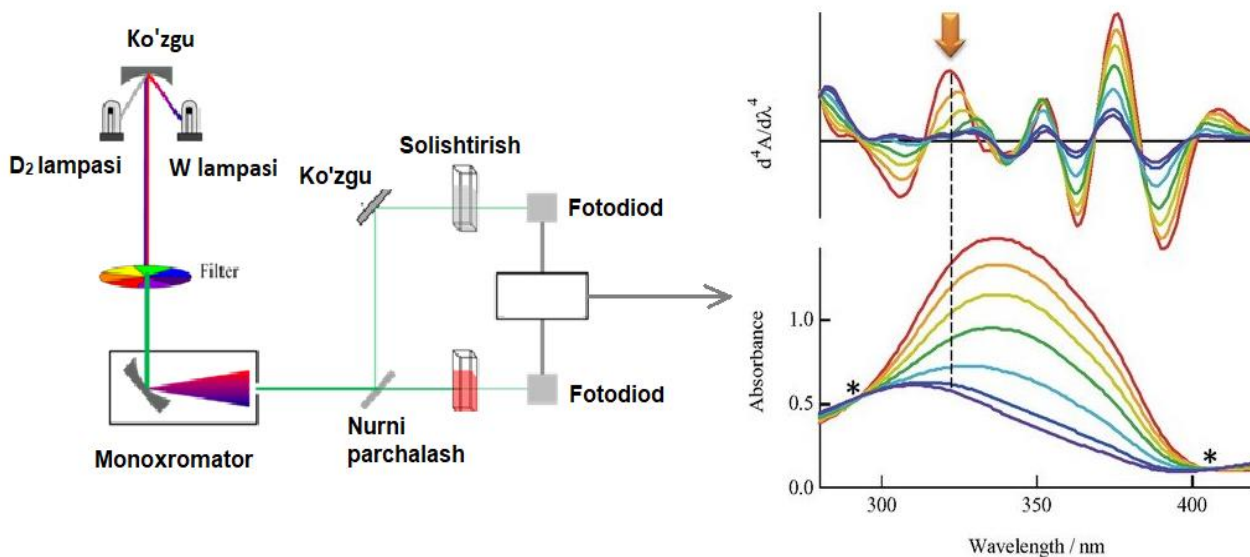
Zamonaviy UV-Vis spektrfotometr quyidagi qismlardan tashkil topgan (137 rasm):

1. *Yoruglik manbasi.*
2. *Monoxromator.*
3. *Fotometr.*
4. *Kyuveta bo'limi.*
5. *Detektor.*



137- rasm. Spektrometrning prinsipial tuzilishi.

<http://element-msc.ru/katalog/molekuliarnaia-i-atomnaia-spektroskopiia/uf-vid-spektrofotometry-shimadzu/spektrofotometr-uv-2600-uv-2700>



138-rasm. Ikki –nurlı spektrofotometr ishlash tartibi
(<https://www.youtube.com/watch?v=wxrAELeXlek>).

Monoxromator (prizma yoki diffraksiya panjara) – kerakli to'liq uzunlikdagi nurlanishni ajratish uskunasi. Prizma materiali har hil spektr hosil qilish uchun turlicha boladi: Vakuum Ultra Binafsha nur hosil qilish uchun CaF_2 yoki LiF ; yaqin va o'rta Ultra Binafsha nurlar uchun kvarts va korinadigan maydon uchun shisha qo'llaniladi.

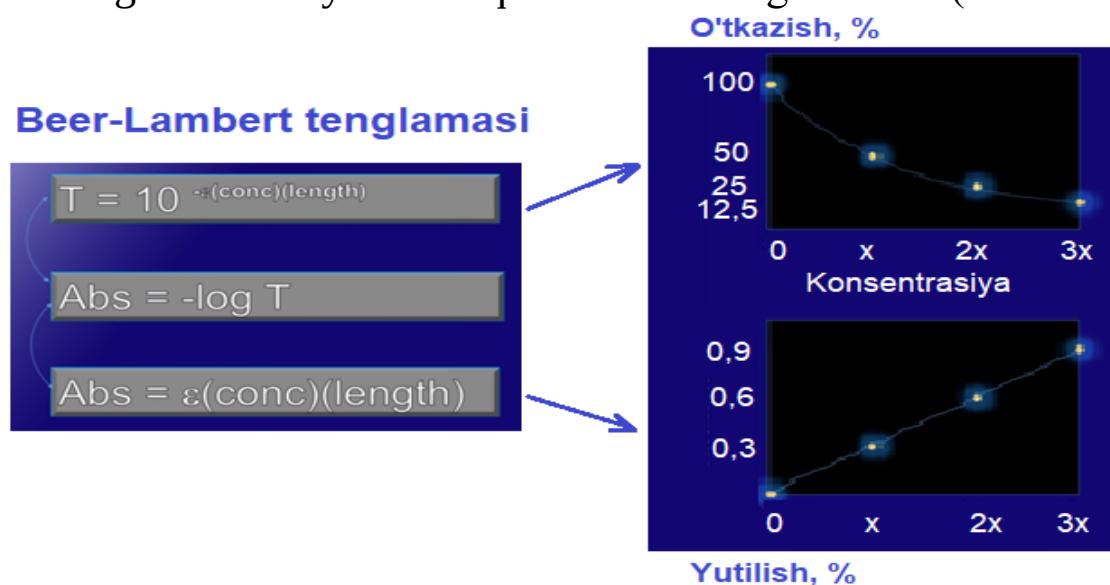
Fotometr monoxromatik nurni 2ta bir hil puchokga bo'lib beradi, puchoklarning biri- organilayotgan moddaning eritmasi joylashtirilgan

kyuvetaga, ikkinchisi esa – solishtirish kyuvetasiga (odatda toza eritgich) yonaltiriladi.

Kyuvetalar – UB tahlilda odatda kvarsdan tayorlanadi.

Detektorlar sifatida – vacuum fotoelementkari va fotoelektron kuchlantiruvchilar, qattiq fotoelementlar va plastinkalardan foydalaniladi.

Moddaning konsentrasiyasi va o'tkazish intensivligi bo'g'iqligi tog'ri chiziqli emas, uni chiziqli ko'rinishda olish uchun Beer-Lambert tenglamasidan foydalaniladi va olingan grafikda yutilish intensivligi va moddaning konsentrasiyasi chiziqli ko'rinishda ega bo'ladi (139-rasm).



139-rasm. Beer-Lambert tenglamasi: moddaning o'tkazish va yutilish intensivligi asosida uning konsentrasiyasini aniqlash.



140-rasm. UV-2600 Ultra-binafsha spektrometri.
UV-2600 Ultra-binafsha spektrometrining texnik ko'rsatkichlari:

Технические характеристики

Оптическая схема	Двухлучевая
Монохроматор	UV-2600: одиночный (Черни-Тернера); UV-2700: двойной (монохроматор Черни-Тернера и предмонохроматор Литтрова)
Спектральный диапазон	UV-2600: 185–1400 нм (с интегрирующей сферой), 185–900 нм (без интегрирующей сферы) UV-2700: 185–900 нм
Ширина щели	0,1; 0,2; 0,5; 1; 2 и 5 нм
Скорость сканирования	от 4000 до 0,5 нм/мин
Скорость установки длины волны	до 14000 нм/мин
Детектор	Фотоумножитель R-928 и дополнительные полупроводниковые детекторы в интегрирующих сферах
Погрешность по шкале длин волн	± 0,1 нм при 656,1 нм (D2); ± 0,3 нм в остальном диапазоне
Воспроизводимость по шкале длин волн	± 0,05 нм
Уровень рассеянного излучения	UV-2600: ≤ 0,005% (220, 340 и 370 нм) UV-2700: ≤ 0,00002% (340 и 370 нм); ≤ 0,00005% (220 нм)
Фотометрируемые величины	Поглощение (Abs), пропускание (%T), отражение (%), энергия (E)
Фотометрический диапазон	от – 5 до +5 Abs (UV-2600); – 8,5 до +8,5 Abs (UV-2700)
Фотометрическая точность	± 0,002 Abs (при 0,5 Abs); ± 0,003 Abs (при 1 Abs); ± 0,006 Abs (при 2 Abs); ± 0,3% T
Фотометрическая воспроизводимость	± 0,001 Abs (0,5 Abs); ± 0,001 Abs (1 Abs); ± 0,1% T
Дрейф нулевой линии	≤ 0,0002 Abs/час (UV-2600); ≤ 0,0003 Abs/час (UV-2700)
Размеры прибора	450 * 600 * 250 мм
Вес	23 кг

24.4. Usulning amaliyotda qo'llanishi imkoniyatlari.

Fluorescent spektrlari yordamida lyuminescent tahlil juda yuqori sezgirliги bilan ajralib turadi: masalan, Uran atomlari juda man 10^{-8} - 10^{-6} % miqdorlarda aniqlanishi mumkin³¹; emissiyon elementlar tahlilida

³¹ John M. Chalmers and Peter R. Griffiths (Editors), Handbook of Vibrational Spectroscopy . John Wiley & Sons Ltd, Chichester, 2002. - 4484 p.

esa uning miqdori 10^{-4} - 10^{-3} % aniqlikda topilishi mumkin. Shu bilan birga, lyuminescent tahlilning bunday yuqori sezuvchanligi jiddiy qiyinchiliklarga olib keladi: begona lyuminescent moddaning o'zina qoshimchalari han moddaning lyuminescentsiy kuzatilgan spektrda aniqlanadi va tahlil spektral parchalanmasdan o'tkazilganda vizual aniqlash natijalarini murakkablashadi.

Luminescent tahlil silikat materiallardagi qoshimcha valentligi o'zgaruvchan d-elementlarni aniqlashda, zavod laboratoriyalarida metall qismlarning nuqsonlari va yoriqlarini aniqlash uchun, hamda oziq-ovqat sanoatida (mahsulotlarning sifatini va yaroqligini ta'minlash), qishloq xo'jaligida (urug'larning rivojlanishini nazorat qilish), biologiya va tibbiyotda (sog'lom to'qimalarni ajratish, bakteriyalarni aniqlash) va boshqa sohalarida keng qo'llaniladi.

Quyosh chiqaradigan UB nurlarining 98,7 foizini Yerning **ozon qatlami** va yuqori atmosfera qatlamlari tomonidan yutiladi (ayniqsa 100-200 nm oblastlari). Yer yuzasiga tushadigan nurlanishning asosiy qismi UV-A (uzun UB nurlar) va juda oz miqdordagi UV-B (o'rta uzunlikdagi UB nurlar) hisoblanadi. Bunda Yer atmosferasining filtrllovchi ta'siri kuzatiladi. UV-B nurlari quyoshdan teri kuyish holatlariga, **UV-A turdagi UB nurlar (290-400 nm) esa polimerlar degradatsiyasiga sabab bo'ladi.**

Plank qonuniga ko'ra to'liq uzunligi kanchalik qisqa bo'lsa, uning chastotasi, va shu bilan bog'liq energiyasi kattaroq ko'rsatkichga ega bo'ladi. Shuning uchun qisqa turdagi nurlar tabiat va biologik ob'ektlarga eng katta havf tug'diradi.

Ultra binafsha nurlar onsonlik bilan molekulalar bilan ta'sirlashadi, va etarli darajada yuqori energiyaga ega bo'lganligi sababli nobiologik ob'ektlarning degradatsiyasiga asosiy sabab bo'ladi. Bundan kichik to'liq uzunligiga ega bo'lgan rentgen va gamma-nurlar juda kichik to'liq uzunligiga ega, shuning uchun asosan molekulalardan otib ketadi.

Polimer, organik birikmalar, rezinalardagi molekulyar guruhlar UB nurlarini yutadi.

Ultrabinafsha nurlar ta'sirida aniq buzilish mexanizmi polimerlarda farqlanishi mumkin. Ba'zi polimerlar depolimerizatsiyaga uchraydi, natijada molekulyar og'irlikning muntazam pasayishi va yopishqoq qoldiqlar paydo bo'lishi mumkin. Boshqa polimer materiallar buzilishi nuqtaviy bo'lib, sirtning nozik yorilishiga,

yaltiroqlik yo'qolishiga, bosim ostida parchalanishga yoki shaffoflikning yo'qolishiga olib kelishi mumkin.

Keramik materiallar odatda UB nurlari ta'siriga chidamli bo'ladi, lekin rang o'zgarishi ularning yuzalarida qo'llaniladigan pigmentlar va bo'yoqlarda ham uchraydi. Keramikada ham, polimerlar kabi mayda yoriqlar kuzatilishi mumkin.

Metallarga esa odatda UB nurlar ta'sir ko'rsatmaydi, lekin ko'plab metall buyumlar polimerlar bilan qoplangan bo'ladi. Ushbu qoplamalar yoki laklarga UB nurlar ta'sir qilishi mumkin.

24.5. Usulning afzalligi va kamchiligi.

Ta'kidlash kerakki, emissiya molekulyar spektrlari alanga, gaz razryad plazmasida va yuqori haroratgacha qizdirilgan gazlarda oraliq birikmalarni (radikallarni) aniqlash uchun muvaffaqiyatli qo'llaniladi. OH, CN, CH, NO, C₂ va boshqa shu kabi diatom molekulalar ko'rinadigan va ultrabinafsha nurlarda juda xarakterli elektron-tebranishli spektrlarni chiqaradi, ularni izohlash va miqdorini aniqlash juda oson. O'tkazilish emissiya spektrlari ularning sifatini aniqlash va taxminiy miqdoriy baholash uchun ishlatiladi. Buning uchun ultrabinafsha va ko'rinadigan spektral sohalarida radikallarning yutilish spektrlarini, shuningdek infraqizil yutilish spektrlarini (tebranish spektrlari) va spektrning mikroto'lqinli mintaqasida aylanish yutilish spektrlarini o'rganish mumkin.

Spektral tahlil nozik usul bo'lib, analitik kimyo, astrofizika, metallurgiya, mashinasozlik, geologik qidiruv va boshqa fan sohalarida keng qo'llaniladi.

Signalni qayta ishlash nazariyasida spektral tahlil shuningdek signal energiyasini (masalan, tovush) chastotalar, to'lqin raqamlari va boshqalarga taqsimlanishini ham anglatadi.

Ushbu tahlil usulining katta afzalligi, ayniqsa, sifatli tahlil qilish uchun ishlatiladigan uskunaning soddaligi, tahlil tezligi va soddaligidir.

Mavzu boyicha savollar:

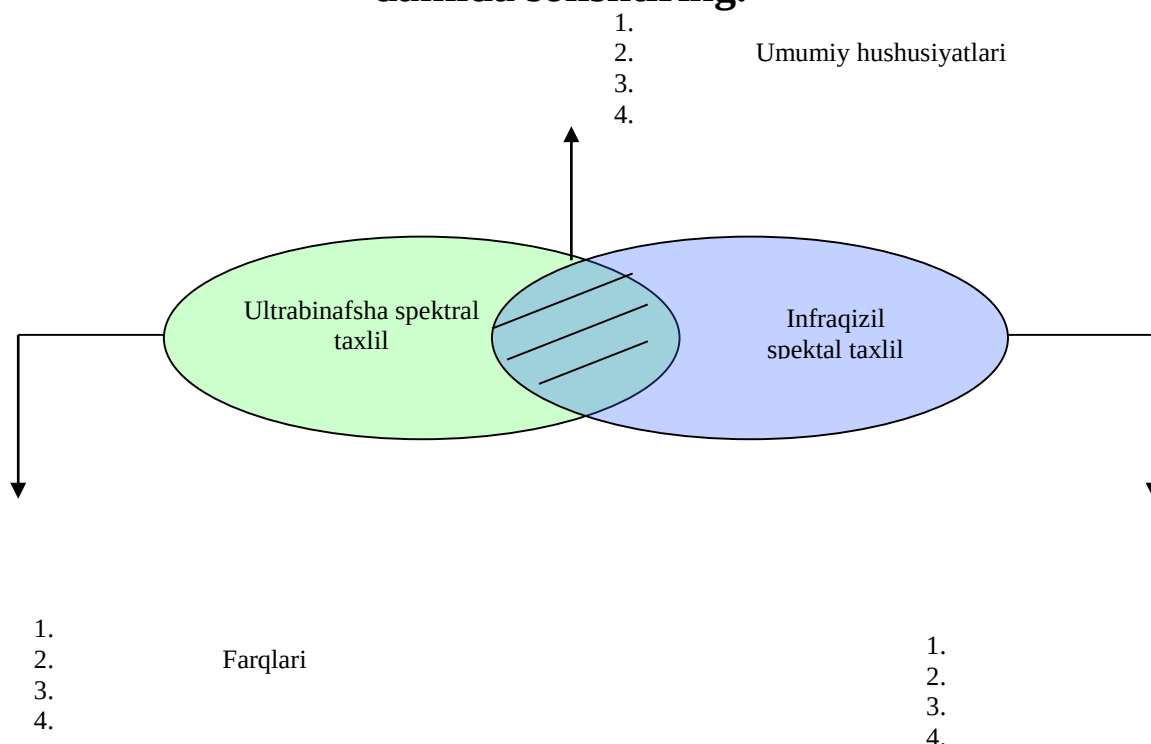
1. Ultrabinafsha tahlilni boshqa fizik-kimyoviy tahlil usullari bilan solishtiring (imkoniyatlari, afzallik va kamchiliklarini keltiring). Solishtirishda Venn diagrammasidan foydalanish mumkin.

2. Adabiyotlardan silikat namunaning ultrabinafsha (lyuminessent) tahlil natijalarini olib, moddani spektrini o'rganing va moddaning tarkibini aniqlang.

3. Moddalarni (organik, noorganik, silikat, shisha, biologik va b. moddalar) lyuminessent hossalari kerak mi? O'z fikrlaringizni bildiring va moddalarning lyuminessent hodisasini qo'llash imkoniyatlarini taklif eting.

4. Turli materillarga (keramika, polimer, metallar) ultra binafsha nurlar ta'sirini o'rganib chiqing. Ushbu ta'sirni afzalliklari va kamchiliklarini sanab bering.

“Ultrabinafsha spectral tahlil” va “Alangali fotometriya” usullarini Venna diagrammasi yordamida solishtiring.



Mavzuga oid testlar:

1. Ultra binafsha nurlarning to'liqin uzunligi?

- A. 0,76 dan 1000 mikron gacha
- B. 400 – 760 nm
- C. 0,06 - 0,6 nm
- D. 1000 - 2000 nm
- E. 100-400 nm

2. Ultrabinafsha spektroskopiya usuli apparatlari:

- A. Termometr.
- B. Diffraktometr DRON-4.

- C. Derivatograf.
- D. UV-Vis spektrometr
- E. Skanerli elektron mikroskop.

3. Ultrabinafsha nurlar moddaga qanday ta'sir ko'rsatadi?

- A. Modda molekulasidagi elektronlarni oddiy holatdan qo'zgatilgan holatga o'tkazadi
- B. Nurlanish moddalardagi zarrachalar bilan muloqotga kirmaydi.
- C. Moddadan to'liq otib, kristall panjaraning parchalaydi
- D. Moddaning kimyoviy tarkibini o'zgartiradi
- E. Moddani suyuq holatga o'tkazadi

4. Fluoressensiya -bu nima?

- A. Qisqa muddatli 10^{-9} sek davomida nur chiqarish
- B. Qisqa muddatli 10^{-9} sek nur yutilishi
- C. Qisqa muddatli nurning parchalanish
- D. Uzoq muddatli nurning parchalanish
- E. Nur sindirish xususiyati

5. UV- C turdagi to'lqinlar uzunligi?

- A. To'lqin uzunligi 200-280 nm bolgan qisqa to'lqinlar
- B. To'lqin uzunligi 320-400 nm bolgan uzun to'lqinlar
- C. To'lqin uzunligi 100-400 nm bolgan to'lqinlar
- D. To'lqin uzunligi- 400 – 760 nm
- E. To'lqin uzunligi- 0,06 - 0,6 nm

6. UV- B turdagi to'lqinlar uzunligi?

- A. To'lqin uzunligi 200-280 nm bolgan qisqa to'lqinlar
- B. To'lqin uzunligi 280-320 nm o'rta to'lqinlar
- C. To'lqin uzunligi 100-400 nm bolgan to'lqinlar
- D. To'lqin uzunligi- 400 – 760 nm
- E. To'lqin uzunligi- 0,06 - 0,6 nm

7. Spektral taxlil tushunchasini ko'rsating:

- A. Moddalarning magnit xususiyatlarini aniqlash usuli.
- B. Moddalarning optikaviy spektri bo'yicha ularning kristall panjarasining aniqlash usuli.
- C. Moddalarning kimyoviy tarkibini ularning nur sindirish ko'rsatkichi bo'yicha aniqlash usuli.
- D. Moddalarning optikaviy spektri bo'yicha kimyoviy elementar tarkibini aniqlash usuli.

- E. Moddalarning termik xususiyatlarini aniqlash usuli.
- 8. UV- A turdagi to'liqlar uzunligi?**
- A. Uzun to'liqlar 320-400 nm
 - B. To'liqlar uzunligi 280-320 nm o'rta toliqlar
 - C. To'liqlar uzunligi 100-400 nm bolgan to'liqlar
 - D. To'liqlar uzunligi- 400 – 760 nm
 - E. To'liqlar uzunligi- 0,06 - 0,6 nm
- 9. Qanday nurlar polimerlar degradatsiyasiga sabab bo'ladi?**
- A. Infraqizil nurlar
 - B. Ultrabinafsha nurlar
 - C. Yo'rug'lik nurlari
 - D. Rentgen nurlari
 - E. Gamma nurlar
- 10. Fosforessensiya – bu nima?**
- A. Uzoq muddatli 10^{-1} sek nurlanish hodisasi
 - B. Qisqa muddatli 10^{-9} sek nur yutilishi
 - C. Qisqa muddatli nurning parchalanish
 - D. Uzoq muddatli nurning parchalanish
 - E. Nur sindirish hususiyati
- 11. Ultrabinafsha nurlarining molekulalarga ta'siri qanday?**
- A. Molekuladagi elektronlar energiyasi ortadi va ular yuqori energetik orbitallarga o'tadi
 - B. Molekuladagi bog'lar parchalanadi va yangi modda hosil bo'ladi
 - C. Molekuladagi elektronlar energiyasi pasayadi
 - D. Molekula atomlarga parchalanadi va ular o'z spektrini hosil qiladi
 - E. Molekuladagi atomlar o'rtasidagi masofa qisqaradi
- 12. UB nurlar ta'sirida yuqori energetik orbitalga siljigan elektronlar o'z holatiga qaytadimi?**
- A. Yoq, qaytmaydi – qo'zg'atilgan holat o'ta barqaror hisoblanadi
 - B. Ha, qaytadi – bu fluoressensiya yoki fosforessensiya nurlanish hodisasi
 - C. Ha, qaytadi – bu holda yangi modda hosil bo'ladi
 - D. Ha, qaytadi – bu holda modda manfiy zaryad oladi
 - E. Yoq, qaytmaydi – yangi struktura hosil bo'lgan bo'ladi

13. Fotofluorestsensiya usuli– bu numa?

- A. UB nurlar (365 nm) ta'sirida namunani o'zidan chiqaradigan xarakterli nurlanishni o'rganish usuli
- B. UB nurlar (365 nm) ta'sirida namunani kristall holatini o'rganish usuli
- C. Harorat ta'sirida foto-kimyoviy taxlil bajarish usuli
- D. Bosim ta'sirida foto-kimyoviy taxlil bajarish usuli
- E. Bosim ta'sirida foto-parchalanish jarayonlar usuli

14. Qizil lyuminofor deganda nimani tushunasiz?

- A. UB nurlar ta'sirida qizil diapazonda (620-655 nm) nur chiqaradigan modda
- B. Qizil nurlar ta'sirida oq nur diapazonda (400-780 nm) nur chiqaradigan modda
- C. Qizil nurlar ta'sirida rengen to'lqinlarni nur chiqaradigan modda
- D. Qizil nurlarni yutadigan modda
- E. Qizil rangli moddalar

15. Ko'k lyuminofor deganda nimani tushunasiz?

- A. Ko'k rangli moddalar
- B. Ko'k nurlar ta'sirida oq nur diapazonda (400-780 nm) nur chiqaradigan modda
- C. Ko'k nurlar ta'sirida rengen to'lqinlarni nur chiqaradigan modda
- D. Ko'k diapazonda nurlarni yutadigan modda
- E. UB nurlar ta'sirida ko'k diapazonda (430-470 nm) nur chiqaradigan modda

16. UV-VIS spektrofotometr

- A. Ultrabinafsha nurlari ta'sirida taxlil apparati
- B. Ultrabinafsha va yo'rug'lik nurlari ta'sirida taxlil apparati
- C. Yo'rug'lik nurlari ta'sirida taxlil apparati
- D. Ultrabinafsha va infraqizil nurlari ta'sirida taxlil apparati
- E. Ultrabinafsha koz'gu apparati

17. Ultrabinafsha spektrlar qo'zg'atish uchun yorug'lik manbasi

- A. Yo'rug'lik to'lqinlari, elektronlar oqimi
- B. Alanga, rentgen lampasi, elektronlar oqimi
- C. Alanga, chaqmoq, deyteriy, ksenon lampasi, lazer

- D. Qizdirilgan monoxromator
- E. Qizdirilgan gazlar va suyuqliklar, diffraksion panjara

18. Monoxromator sifatida nimadan foqdalaniladi?

- A. Nurni ajratuvchi prizma yoki diffraksion panjara
- B. Nurni tekislovchi oscillyator
- C. Nurni tekislovchi magnit maydonlar
- D. Nurni tekislovchi elektro-magnit maydonlar
- E. Nurni ajratuvchi kristal panjara

19. Detektor –bu:

- A. Kerakli nur hosil qiluvchi qurilma
- B. Kerakli nur ajratuvchi qurilma
- C. Signalni qabul qiluvchi qurilma
- D. Elektro-maydon hosil qiluvchi qurilma
- E. Magnit, yoritish va qizdirish tizimi

20. Ultrabinafsha spektrometrda prizma va kyuvetalar materiali?

- A. Kvarts
- B. Slyuda
- C. Shisha
- D. Deyteriy
- E. Ksenon

V BOB. MAGNIT TAXLIL USULLARI.

25-§. Yadro magnit rezonans (nmr) spektroskopiya.

25.1. Yadro magnit rezonans (NMR) mazmuni.

Yadrodagi har bir elektron spini $\pm \frac{1}{2}$ va har bir neytron, hamda proton spini $\frac{1}{2}$ ga teng. Bu spinlar qoshilib, har bir atom yadrosining umumiy spini 0, $\frac{1}{2}$ yoki 1 va burchakli momenti P_I tashkil etadi:

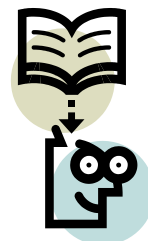
$$P_I = \left(\frac{h}{2\pi}\right)\sqrt{I(I+1)} \quad (1)$$

Yadro magnit rezonans (NMR) mazmuni – moddaga tushayotgan nurni yadroning impulsi bilan birlashtirib, yadroni rezonansga kiritish va undan chiqayitgan energiyani o'lchashdan iborat. Tushayotgan va chiqarilayotgan energiya hajmi rezonansga kiritilayotgan atom tabiatiga bog'liq.

Yadro magnit rezonans (NMR) natijasida yadro atrofida elektronlar joylashishi o'zgaradi va kimyoviy siljish namoyon bo'ladi. Ushbu kimyoviy siljishni o'rganish uchun biz NMR-usulidan foydalanamiz. Yadro magnit rezonans yordamida individual atomlar o'rtasidagi atomlararo bog'larni o'rganish mumkin, lekin usuldan foydalanish uchun yadroning umumiy spini 0 teng bo'lmasligi kerak.

Silikat materiallarni YMR-usulida tahlil qilish uchun ^{29}Si , ^{27}Al , ^{11}B izotoplari qulay keladi. Tabiatda keng tarqalgan ^{28}Si izotopi nol spinga egaligi uchun ushbu usulda foydalanilmaydi.

Yadro magnit rezonansi (NMR – nuclear magnet resonance) – tashqi doimiy magnit maydonda modda tomonidan elektromagnit energiyani rezonansli yutish yoki tarqatish (emissiya) hodisasi. YMR hodisasi faqat yadrosining magnit momenti nol bo'lmagan moddalarda kuzatiladi.



Yadrosining magnit momenti (spini) nol bo'lmagan yadrolarga - ^1H , ^2H , ^{13}C , ^{14}N , ^{15}N , ^{19}F , ^{29}Si , ^{31}P va b. elementlar kiradi.

Elektro-magnit to'lqinlar to'lqin uzunligiga (λ , m) qarab o'zi bilan tashuvchi energiyasi (E, eV) o'zgaradi va modda bilan ta'sirlashuv mexanizmi bilan farqlanadi (20-jadval).

20-jadval. Elektro-magnit to'liqlar to'liq uzunligi va energiyasi o'rtasida bog'liqlik

Spektr diapazoni	λ, m	E, eV	Nurlar ta'sirida jarayonlar: o'tish turlari
γ - nurlar	10^{-12}-10^{-10}	10^4- 10^6	Yadro reaksiyalari
Rentgen nurlari	10^{-10}-10^{-8}	10^2- 10^4	Ichki elektronlar o'tishi
Ultrabinafsha, Yorug'lik nurlari	10^{-8}-10^{-6}	1-10^2	Tashqi elektronlar o'tishlari
Infraqizil nurlar	10^{-6}-10^{-4}	10^{-2}-1	Molekulalardagi valent va deformatsion tebranishlar
Mikroto'liqlar	10^{-4}-10^{-2}	10^{-4}- 10^{-2}	Elektronlar spini o'zgarishlari
Radio to'liqlar	$>10^{-1}$	$<10^{-5}$	Yadro spini o'zgarishlari

25.2. Magnit tahlil usullarining rivojlanish tarixi.

Yadro magnit-rezonansi fenomeni 1938 yilda Isidor Rabi tomonidan molekulalarni o'rganish davomida kashf etilgan bo'lib, ushbu tadqiqotlar uchun 1944 yilda Nobel mukofotiga sazovor bo'lgan³². 1946 yilda Feliks Bloch va Edvard Mills Parcell suyuqlik va qattiq moddalarda yadro magnit rezonans hodisasini o'rganib, ushbu tadqiqotlarga 1952 yil uchun Nobel mukofotiga sazovor bo'lgan. Umuman olganda, yadro magnit usullarini rivojlantirishga hissa qoshgan olimlar ko'p Nobel mukofoti sovrindorlari hisoblanadi.

Molekuladagi bir xil atom yadrolari turli xil atrof-muhitda turli xil NMR signallarini namoyish etadi. Bunday NMR signalining standart moddaning signalidan farqi o'rganilayotgan moddaning kimyoviy tuzilishiga bog'liq bo'lgan kimyoviy siljishni aniqlashga imkon beradi.

³² <https://www.nobelprize.org/prizes/physics/1944/rabi/biographical/>

NMR usullarida moddalarning kimyoviy tuzilishini, molekulalarning konformasiyasi, o'zaro ta'sirni o'rganish va molekulalar ichidagi o'zgarishlarni aniqlash uchun ko'plab imkoniyatlar mavjud.

Magnit maydonga modda joylashtirilganda, uning spektral chiziqlari bo'linishi mumkinligi haqidagi taxmin birinchi bo'lib Maykl Faraday tomonidan taxmin qilingan, lekin u etarli darajada kuchli maydon manbasi yo'qligi sababli bu ta'sirni amaliyotda ko'ra olmagan.

Effektning birinchi bor 1896 yilda Piter Zeeman kadmiyning tor yashil-ko'k chizig'i uchun ilk bora kuzatgan. O'z tajribasida Zeeman zichligi 10,000 Hz magnit maydonlarni qo'llagan va Cd spektr chizig'ini tripletga (uchga) bo'linishini kuzatgan.

Yadro-magnit rezonans spektroskopiya usulining rivojlanish bosqichlari:

- **W.Pauli** – spin ochilishi, 1924 yil
- **W.Gerlash, O.Stern** – yadro magnetizmini ilk bora ko'rish, 1925
- **Isidor Isaak Rabi** (AQSh) – yadro rezonansi bilan ilk tajribalar, 1938 (**Nobel mukofoti – 1944**)
- **Felix Blosh, Edward M.Pursell** (AQSh) – suyuqlik (suv) va qattiq parafinda vodorod atomlarining rezonansini o'rganish, 1946 (**Nobel mukofoti – 1952 yil**)
- **Felix Blosh** – qisqa radiochastotali impuls bilan rezonansni qo'zg'atish, 1946
- **J.Jeener** – 2D FT-NMR (YMR) usuli, 1971
- **P.C. Lauterbur** – YMR-tomografiya, 1972
- **Richard R.Ernst** (Shveysariya) – 2D FT-NMR (YMR) ilk uskunasini qurish, 1975. «Yuqori sifatli YMR spektroskopiya usulini rivojlantirishga qo'shgan hissasi uchun». **Nobel mukofoti - 1991 yil.**
- **T.A.Cross, S.J.Opella** – Qattiq moddaning NMR (YMR), 1983
- **Kurt J.Wuthrich** (Shveysariya) – oksilning 3D-strukturasini qurish - 1985. «Biologik makromolekulalarni 3D strukturasini aniqlashda YMR-spektroskopiya usulini qo'llashni rivojlantirish uchun» - **Kimyo boyicha Nobel mukofoti - 2002 yil.**
- **Paul Lauterbur (AQSH), Peter Mansfeld** (Buyuk Britaniya) – bioob'ektlar vizualizatsiyasi, **Tibbiyot boyicha Nobel mukofoti -2003 yil.**

1897 yilning 31 oktyabr kuni Hendrik Lorenz ushbu tajribalar haqida bilib, ertasi kuni Zeeman bilan uchrashadi va unga o'z tomonidan ishlab chiqilgan klassik elektron nazariyaga asoslangan holda

tushuntirish beradi. Ko'p o'tmay, boshqa ko'pgina moddalarning spektral chiziqlari magnit maydonda yanada murakkab tarzda bo'linishi aniqlanadi. Bu hodisani tushuntirish uchun vaqt talab etildi, chunki faqat kvant fizikasi doirasida spin haqidagi Pauli qonunlari ishlab chiqilishi bunga imkoniyat berdi. **Piter Zeeman va Lorens ushbu effektni kashf etgani va izohlagani uchun 1905 yil Nobel mukofotiga sazovor bo'lgan.**

Optik spektrometrlar yordamida moddalarning o'ta-nozik strukturasi o'rganish natijasida 1924 yilda Pauli tomonidan moddalardagi ba'zi yadrolar harakatlanish momentiga (burchak momentiga) egaligi taxmin qilindi.

26-§. Elektron paramagnit rezonans (EPR, ESR) . Spin.

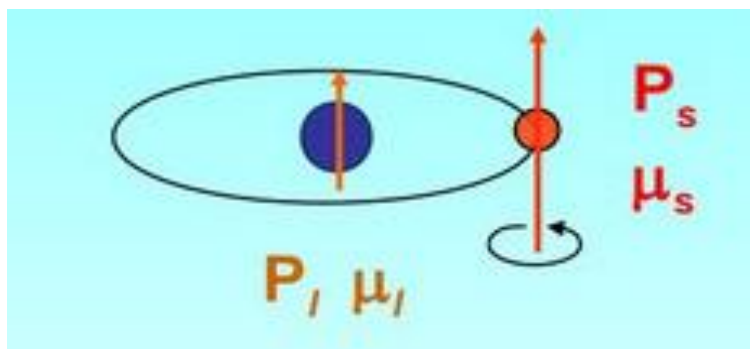
26.1. EPR usulining fizikaviy asosi

1944 yilda rus olimi Evgeniy Zavoyskiy tomonidan ilk bor **elektron paramagnit rezonans (EPR, ESR)** kash etilgan. EPR – bu molekulyar orbitasida juftlashmagan elektroni mavjud bo'lgan radikallar va o'zgaruvchan valentlikdagi metallar komplekslarini aniqlash va identifikatsiya qilish asosiy usullaridan biri.

EPR usulining fizikaviy asosi – magnit maydonga joylashtirilgan juftlashmagan elektronlar elektromagnit nurlanishni rezonans holatda yutadi. Bu atomdagi elektronning joylashishi va harakatiga bog'liq.

Atomda elektron 2 turdagi harakatda bo'ladi (141-rasm):

- 1) Orbital (l) – atom yadrosi atrofida;
- 2) Spin (s) – o'z oqi atrofida.



141-rasm. Vodorod atomining tuzilishi.

26.2. Spin

Har bir harakat turi ikki hil moment bilan ifodalanadi:

1) Mexanik moment (P) – material zarrachani harakatini ko'rsatadi;

2) Magnit (μ) – qutblangan zarachani harakatini belgilaydi.

Barcha yadrolar elektr zaryadiga ega (142-rasm). Ko'p yadrolar turida bu zaryad yadro o'qi atrofida "aylanadi" va yadroviy zaryadning bu aylanishi tashqi magnit maydon bilan ta'sirlasha oladigan magnit dipol momentini hosil qiladi.

Yadro massasi M $M = n + p$ n - neytronlar soni	13 6 C Uglerod izotopi, massa 13
Yadro zaryadi (protonlar soni) p	1 1 H Vodorod izotopi, massa -1

142-rasm. Kimyoviy elementning yadrosi tarkibi.

Ba'zi izotoplarning yadrolari mexanik burchak momentiga (spin) ega. Ushbu momentning kattaligi yadro turiga qarab 0, 1/2, 1, 1/3 qiymatlarida bo'lishi mumkin. Bu qiymat yadro spin raqamiga (I) bog'liq.

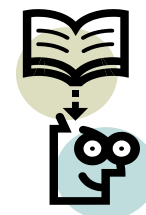
Spin raqami (I) massa va atom raqamlari bilan bog'liq (21-jadval).

21 jadval. Yadro massasi va spin raqami bog'iqligi.

M – yadro massasi toq son	M – yadro massasi juft soni	
n- toq; p –juft yoki n- juft ; p –toq Toq-juft yadrolar	n- toq p –toq Toq-toq yadrolar	n- juft p –juft Juft –juft yadrolar
Yadro spini $I=1/2, 3/2, 5/2$	Yadro spini $I=1, 2, 3, \dots$	Yadro spini $I= 0$
$I=1/2$: $^1H, ^{13}C, ^{15}N, ^{19}F, ^{29}Si, ^{31}P$	$I = 1$: $^2H (D), ^{14}N$	$^{12}C, ^{16}O, ^{32}S$
$I=3/2$: ^{11}B	$I=3$: ^{10}B	
$I= 5/2$: ^{17}O		

YMR kuzatilishi mumkin	YMR kuzatilmaydi
------------------------	------------------

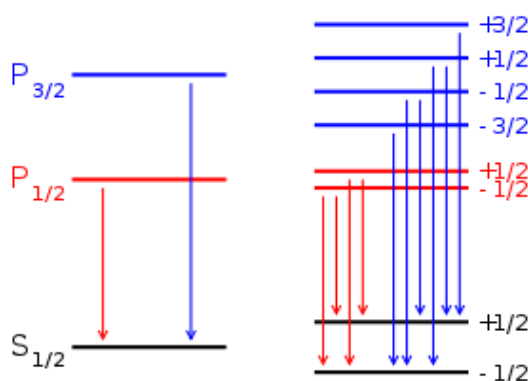
Yadro-magnit rezonans hodisasi faqat yadro spini $I \neq 0$ holatlarda namoyon bo'ladi.



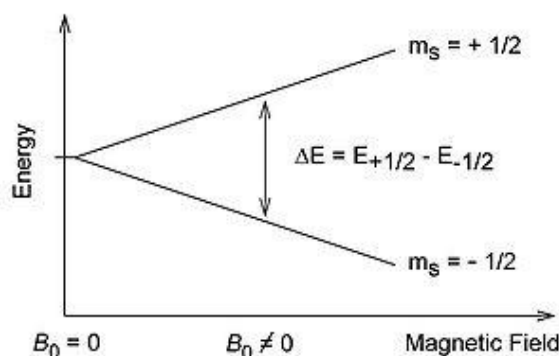
Tashqi magnit maydon ta'sirida yadrolarning magnit momentlari ma'lum bir yo'nalishga yo'naltiriladi va yadro energetik pog'onalar o'rtasida o'tishlarni kuzatish mumkin: bu o'tishlar ma'lum bir chastota nurlanishi ta'siri ostida sodir bo'ladi.

Yadroning energetik pog'onalari kvantlangan bo'lib, $(2I + 1)$ qiymatga ega yadroning burchak momenti kvantli tabiatining bevosita natijasidir. Spin kvant soni (spin) $1/2$ karra sonlarni tashkil etishi mumkin; $^{176}_{71}\text{Lu}$ eng katta ma'lum bo'lgan I qiymatiga ega (≥ 7).

Zeeman 1896 yilda o'z tajribalarida Na magnit maydoni ostida spektr chizig'ini tripletga parchalanishini ilk bora kuzatgan (143-144-rasm).



143-rasm. Na yadrosi spektrida magnit maydonida triplet hosil bo'lishi: chap tomonda – qo'zg'atilmagan holat; o'ng tomonda – magnit maydonida triplet hosil bo'lishi. Strelka bilan ruhsat berilgan o'tishlar ko'rsatilgan



144-rasm. Magnit maydonda $I = 1/2$ spin raqamli yadroning energetik pog'onalarini parchalanishi.

YMR-spektroskopiyada keng o'rganiladigan yadrolar 22-jadvalda keltirilgan.

22-jadval. YMR-spektroskopiyada keng o'rganiladigan izotoplar.

Yadro	Yadro spini	Tabiatda izotopni miqdori, %	Chastota, MHz	Sezgirlik
^1H	1/2	99.9	100	1000
^2H	1	~ 0.02	15.37	0.015
^{11}B	3/2	80.4	32.12	130
^{13}C	1/2	1.1	25.17	0.18
^{15}N	1/2	0.4	10.14	0.039
^{17}O	5/2	~ 0.04	13.57	0.11
^{19}F	1/2	100	94.17	830
^{27}Al	5/2	100	26.08	1.9
^{29}Si	1/2	4.7	19.88	0.37
^{31}P	1/2	100	40.52	66
^{81}Br	3/2	49.5	25.08	49
^{119}Sn	1/2	8.6	37.31	4.4
^{127}I	5/2	100	20.03	93
^{195}Pt	1/2	33.8	21.52	3.4
^{199}Hg	1/2	16.8	17.84	2.6

Nolga teng bo'lmagan spin raqamli yadrolarga H kuchlanishli magnit maydon ta'sir etganda, yadroning energetik pog'onalari $(2I+1)$ pog'onalarga parchalanishi kuzatiladi (4-rasm). Turli pog'onalarning energiya parchalanishi quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$\Delta E = \gamma H \hbar / 2 \pi \quad (2)$$

Aylanish momenti $J = \hbar \cdot I$ magnit momenti μ bilan quyidagicha bog'liq: $\mu = \gamma J$, bu erda μ - **magnit moment**, $\hbar$ – **Plank constantasi**; I – **spin raqami**, γ – **yadroning giromagnit nisbati**.

26.3. Kimyoviy siljish.

Tahlil davomida yadroga elektr-magnit nurlanish ta'sir etilsa va uning chastotasi ν molekulaning ν_0 tenglashtirilsa, va ΔE (yani $h\nu_0$) teng bo'lsa, ushbu nurlanish kvatlari yadro spinining turli energiya pog'onalari o'rtasida o'tishlar uchun yutilishi mumkin. Shu holatda moddaning YMR spektrida ν_0 chastotasida yutilish piki paydo bo'ladi.

Magnit maydoni ta'sirida modda yadrosida ikki turdagi holat kuzatilishi va o'rganilishi mumkin³³:

- ✓ **Dipol ta'sirlashuvi** – bu holda o'rganilayotgan va qoshni yadrolar o'rtasida muloqot (masalan qo'shni dipolar o'rtasida);
- ✓ **Kimyoviy siljish** – bu holda yadro atrofidagi elektronlar magnit maydoni ta'sirida harakatlanadi, demak kimyoviy harakatlar namoyon bo'ladi.

26.6. Moddalarning magnit momenti.

Moddalarning magnit momentini o'lchash uchun magnit usullardan foydalaniladi: namuna magnit maydonga joylashtiriladi va uning hos-salari o'rganiladi (145-rasm). Magnit maydoni bilan ta'sirlanishi modda-larning spini va elektron tuzilishiga, ligandlarning tabiatiga bog'liq bo'ladi.

145-rasmda keltirilgan usulda namunaning magnit sezuvchalik hossasi (χ) uni doimiy magnit maydonga joylashtirish va taroz yordamida unga ta'sir etuvchi kuchni o'lchash yordamida aniqlanadi va magnit moment μ quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$\mu = \frac{\sqrt{3R}}{N_A} \sqrt{\chi T}$$

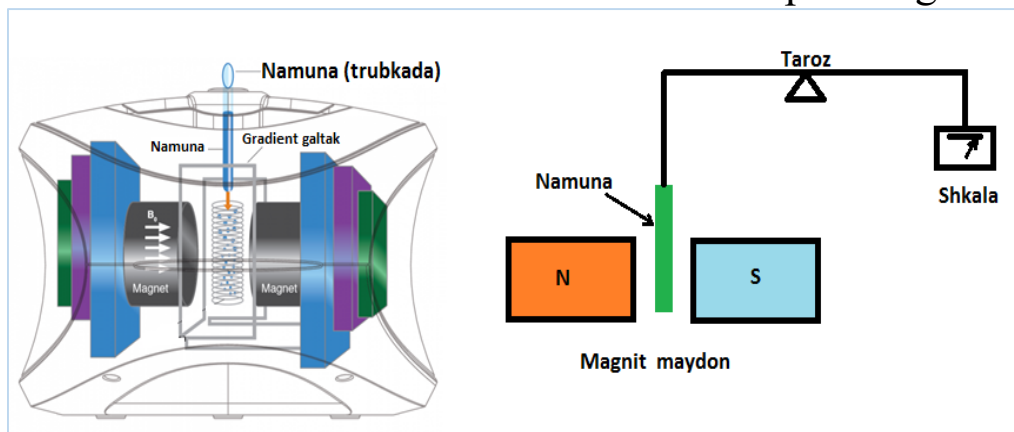
d-metallar uchun magnit moment va spin bog'liqligi quyidagi for-mula yordamida ifodalanadi:

$$\mu = \sqrt{n(n+2)} = 4 \sqrt{S(S+1)}$$

bu erda
n- juftlashmagan elektronlar

soni;

S – spinlar eg'indisi



³³ Carter C.Barry, Norton M.Grant. Ceramic materials. Science and Engineering. Springer International Publishing AG. 2007. -165 bet.

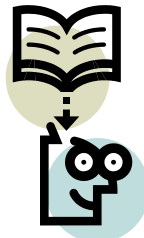
145-rasm. Namunani kuchli doimiy magnit maydonga joylashtirish.

27-§. Moddalarning magnit xossalari.

27.1. Moddalarni magnit xossalari boyicha tasniflanishi.

Birikmalarning tasqi magnit maydoniga reaksiyasi va moddalarning ishki strukturasi tartibi ularni magnit hususiyatlarini belgilaydi. Hamma moddalar bu parametrlari boyicha 4 asosiy guruhga bo'linadi (146-rasm):

- Paramagnetiklar
- Diamagnetiklar
- Ferromagnetiklar
- Antiferromagnetiklar



Diamagnetiklar (magnit momenti $\mu < 1$).

Hamma elektronlar juftlashgan. Magnit maydondan itariladi.

Magnit sezuvchalik hossasi χ – kichik va manfiy.

Magnit maydon kuchlanishiga bo'g'liq bo'lmagan va manfiy magnit korsatgichga (ta'sirlanish) ega bo'lgan moddalar diamagnetiklar deb ataladi. Manfiy magnit korsatgichga (ta'sirlanish)ga ega bo'lgan moddalar magnit maydondan itariladi va tashqariga harakat qiladi. Masalan, diamagnetiklarga shisha $\mu=0,999987$, oltin $\mu=0,999961$, inert gazlar, vodorod, fosfor, ruh, azot, kremniy, vismut, mis, kumush kiradi. Diamagnetiklarga yuqori o'tkazuvchanlikga ega va kovalent bog'li birikmalar kiradi.

Paramagnetiklar (magnit momenti $\mu > 1$).

Juftlashmagan elektronlar mavjud. Magnit maydoniga tortiladi. Kuchsiz magnitlar.

Magnit sezuvchalik hossasi χ – kichik va musbat.

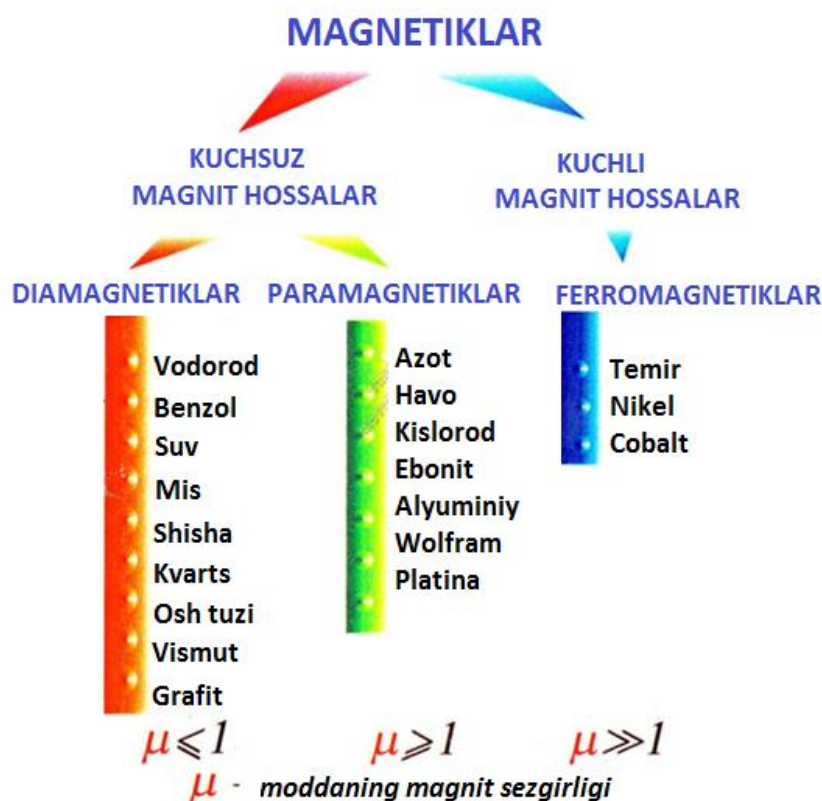
Bu birikmalarning ham magnit korsatgichlari (ta'sirlanishi) magnit maydonning kuchlanishi bilan bogliq emas va musbat ko'rsatgichga ega. Paramagnetiklar magnit oldiga olib kelinganda, magnit maydon ichiga tortiladi. Paramagnetiklarga marganes, temir, havo $\mu=1,00000038$, platina $\mu=1,00025$, alyuminiy $\mu=1,000023$, kislorod, misol bo'la oladi.

Ferromagnetiklar ($\mu \gg 1$).

Magnit sezuvchalik hossasi χ – katta va musbat. Kuchli magnitlar.

Ferromagnetiklarning magnit ta'sirlanish korsatgichi diamagnetik va paramagnetiklardan farqli harorat va maydon kuchlanishi bilan bog'liq

bo'ladi. Ferromagnetiklarga temir, nikel, $\mu=175$ ga ega kobalt kristallari, $\mu=8000$ ga ega bo'lgan transformator po'latlari misol bo'lishi mumkin.



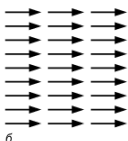
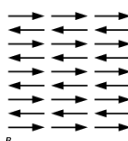
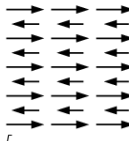
146-rasm. Magnit hossalari bo'yicha moddalarning klassifikatsiyasi.

Antiferromagnetiklar va ferrimagnetiklar.

Qizdirish vaqtida moddalarda faza silgishi natijasida paramagnit xususiyatlari paydo bo'ladigan birikmalar **antiferromagnetiklar** deb ataladi. Ushbu ma'lum haroratdan pastroq haroratda modda bu xususiyatlarni namoyish qilmaydi. Bu birikmalarga marganes va xrom misol bo'la oladi.

Ferrimagnetiklar deb kompensasiya etilmagan antiferromagnetizmga ega bo'lgan moddalar ataladi. Ferrimagnetiklarni magnit ta'sirlanish kursoratgichlari harorat va maydon kuchlanishi bilan bog'liq bo'ladi. Bu moddalarga oksidlar misol bo'la oladi. Quyidagi 23-jadvalda turli moddalarning tashqi magnit maydoni bilan ta'sirlanishi keltirilgan.

23 jadval. Turli oksidlarning tashqi magnit maydoni bilan ta'sirlanishi

Turli moddalarning tashqi magnit maydoni bilan ta'sirlanishi			
			
Paramagnit modda: tashqi magnit maydonida – atom magnitlari tartibsiz	Ferromagnit modda - atom magnitlari tartibli	Antiferromagnit modda - atom magnitlari tartibli. Antiferromagnit moment – yoq.	Ferrimagnit modda – kompensasiya qilinmagan antiparallel orientatsiya

24- jadvalda tabiatda keng uchraydigan mineral va tog' jinslarining magnit hossalari keltirilgan:

24 jadval. Ferromagnit tabiiy minerallarning magnit hossalari:

Mineral	Kimyoviy tarkib	Kyuri nuqtasi, °C	Magnitlik, 10^3 A/m	χ , SI birligi
Magnetit	Fe_3O_4	578	490	4-25
Gematit	Fe_2O_3	560-640	1.5-2.5	$10^{-4} - 2 \cdot 10^{-3}$
Maggemit	Fe_2O_3	560-640	435	4-25
Pirrotin	Fe_7O_8	300-325	17-70	$10^{-2} - 10^{-1}$

Bu yerda χ - magnit ta'sirlanish ko'rsatgichi (magnit sezgirlik yoki barcha struktura elementlarining o'rta magnit momenti) – asosan ferromagnit minerallar konsentratsiyasi bilan belgilanadi.

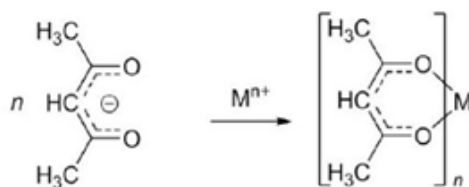
χ – ferromagnit moddaning kristallari o'lchamlari va qoshimchalarning shakliga bogliq (kristallari o'lchamlar o'sishi χ ortishiga olib keladi).

27.2. Moddalarning YMR spektrlarini o'rganish va tahlil qilish keyslari.

CASE-STUDY # 1.

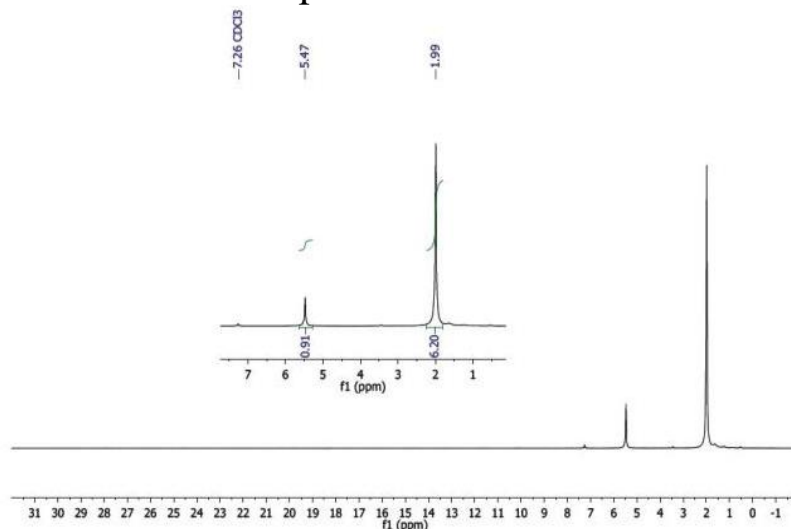
Kobalt, alyuminiy, marganes acetil-acetatlarini YMR spetrlarini va ular asosida moddalarni magnit hossalari rejalashtirish.

Me Acetilacetati hosil bo'lish reaksiyasi quyidagicha (147-rasm):



147-rasm. $\text{Me}(\text{acac})_3$ hosil bo'lish reaksiyasi³⁴

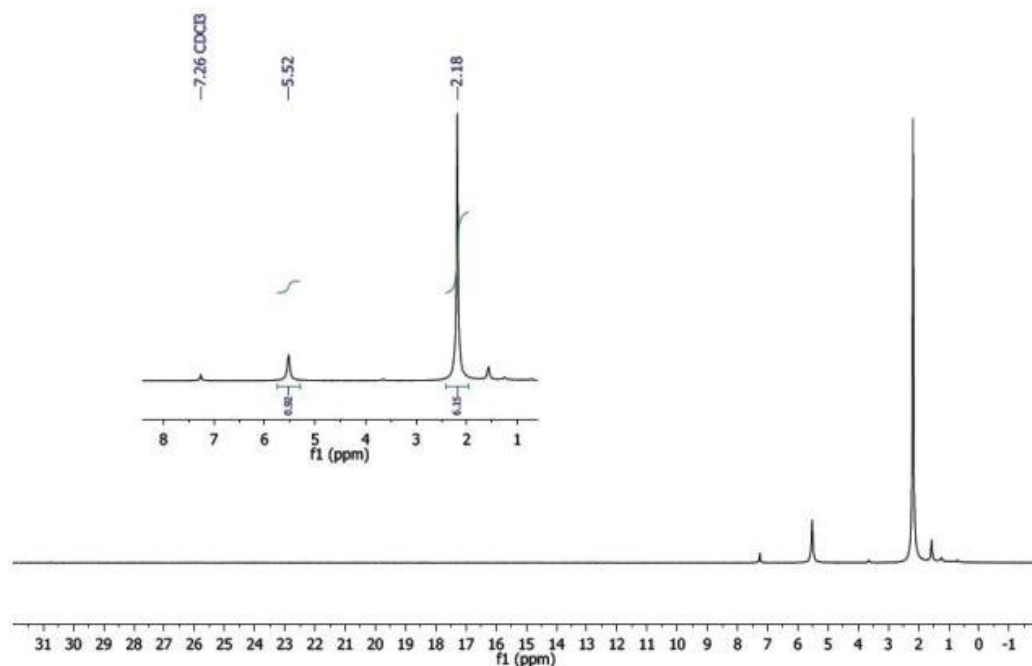
YMR spektrlar «SpinSolve NMR spectrometer» YMR spektrometrda paramagnet protocol bo'yicha olindi, etalon 1H -NMR spektrini olish uchun xloroform-D qo'llanildi.



148-rasm. $\text{Al}(\text{acac})_3$ ^1H -YMR spektri.

Alyuminiy acetil-acetatining YMR-spektridan (148- rasm) korinib turibdiki, 0 - 8 ppm oraligida 2 kuchli rezonans mavjud, bu molekulyar holatdagi moddalarga hos bolgan sharoitdir. Bu rezonans tuzilishi asosida **$\text{Al}(\text{acac})_3$ kompleksi diamagnit hossalarga ega** deb hulosa qilish mumkin (Al^{3+} ioni electron konfiguratsiyasi Ne ga oxshash bolib, haqiqatdan ham **juftlashmagan elektronlari bolmaganligi sababli diamagnitdir**).

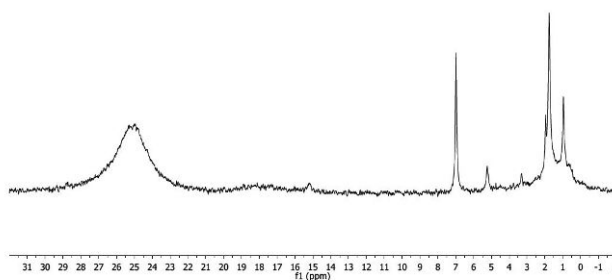
³⁴ <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=12317>. Characterizing Metal Acetylacetonate Complexes Using the Evans Method and the Spinsolve NMR Spectrometer.



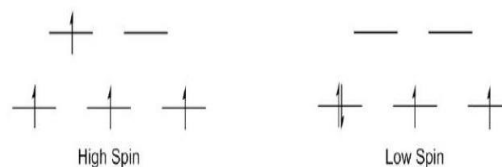
149- rasm. $\text{Co}(\text{acac})_3$ ^1H -YMR spektri.

136-rasmda keltirilgan kobalt kompleksi $\text{Co}(\text{acac})_3$ ning YMR spektri tuzilishi huddi $\text{Al}(\text{acac})_3$ kompleksiga oxshash, demak bu ham **diamagnit** hossaga ega.

Marganes acetil-acetati $\text{Mn}(\text{acac})_3$ YMR spektrini o'rganish (150 rasm) shuni korsatdiki, bu modda tarqoq va intensivligi pastroq rezonansga ega, bu modda paramagnit hossalarga ham ega bo'lishi mumkin. Haqiqatdan ham $\text{Mn}(\text{III})$ oktaedrik komplekslari d^4 elektron konfiguratsiyaga ega (151- rasm), bu degani **$\text{Mn}(\text{acac})_3$ doim paramagnit hossaga ega bo'ladi- yuqori va past spinda ham unda juftlashmagan elektronlar mavjud.**



150-rasm. $\text{Mn}(\text{acac})_3$ ^1H -YMR spektri



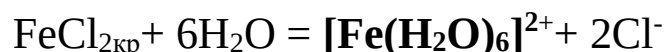
151-rasm. $\text{Mn}(\text{III})$ uchun yuqori va past spinli electron konfiguratsiya.

Koordinatsion birikmalarning magnit hossalarni aniqlashda ulardagi metallarning elektron konfiguratsiyasi ko'p ma'lumot bera oladi va asosiy magnit hossalarni belgilaydi.

CASE-STUDY # 2.

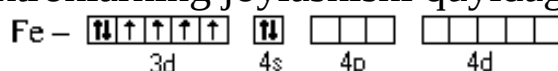
Temir birikmalarining magnit hossalari Me-ioni va koordinatsion ligandlar tabiatiga bog'liqligini o'rganish.

1. Fe (II) akva ionini electron tuzilishini or'ganib chiqamiz:

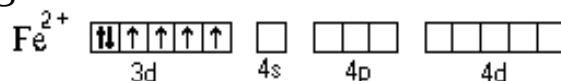


Fe atomi electron formulasi – $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^6$.

Fe (II) valent elektronlarning joylashishi quyidagicha:

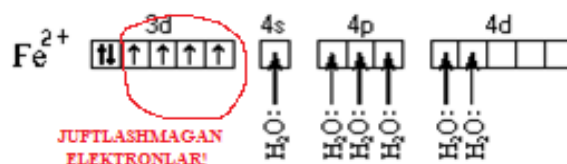


Fe^{2+} ionini hosil bo'lganda Fe atomi 2 elektronni yoqotadi va quyidagi tuzilishga ega bo'ladi:

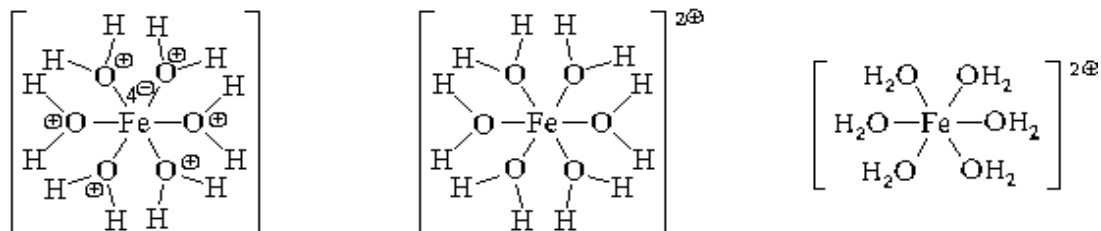


Hund qonuni bo'yicha Fe^{2+} ionidagi 6 elektron maksimal holda, imkon darajasida bosh past energetik 3d-orbitallarni juftlashmagan holda egallaydi.

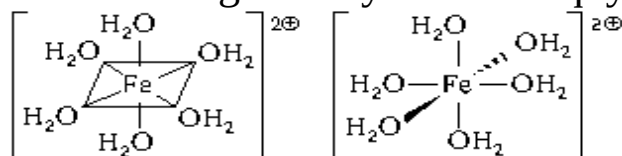
Akva ion hosil bolganda Fe^{2+} ionini bo'sh electron qobiqlarga kislorodning 6ta elektron juftlarini qabul qiladi (donor-akseptor bog' hosil bo'ladi):



Hosil bo'lgan Fe (II) akva ionini struktura tuzilishi quyidagicha bo'ladi:



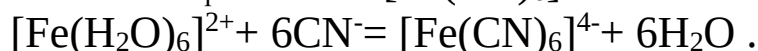
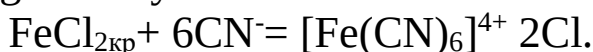
Koordinatsion ionning fazoviy korinishi quyidagicha:



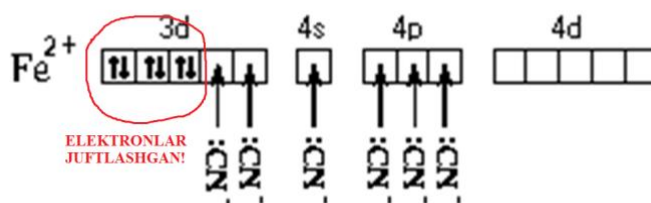
Koordinasion ion oktaedr shaklga ega, hamma Fe-O boglar bir hil. Bu erda sp^3d^2 -gibridizasiyani korishimiz mumkin. **Kompleks ionda juftlashmagan elektronlar mavjud- demak birikma paramagnetik hossalarga ega bo'ladi.**

2. Fe ning tsianid CN –ionlar bilan kompleks birikmalari

FeCl₂ yoki Fe akva komplekslariga tsianid CN⁻ ionlar qoshilganda, eritmada quyidagi reaksiya kechadi:



Bu degani Fe (II) tsianid kompleksi uning akva kompleksidan ko'ra mustahkamroq degani. Ammo Fe (II) tsianid kompleksi diamagnit hossalarga ega. Nimaga? Bu moddada Fe(II) ionlari boshqa electron tuzilishga ega!



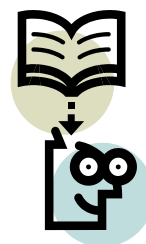
CN⁻-ligandlar Fe ionlari bilan “kuchliroq” kimyoviy bog'lar hosil qila oladi, energiyadagi yutuq **Hund qonunini bizilishiga** va Fe (II) ionining hamma elektronlarini juftlashishga olib keladi. Natijada CN⁻ ionining elektron juftlari boshagan d-orbitalni ham to'ldiradi: kompleksdagi hamma elektronlar juftlashgan bolib, **modda diamagnit** bolib qoladi. **Kompleks ionning fazoviy tuzilishi akva kompleks bilan bir hil bo'lib, gibridizasiya holati esa boshqacha bo'ladi (d^2sp^3).**

Hulosa: Fe²⁺ birikmalari ligandning tabiatiga (spektr-kimyoviy qatorda joylashishiga) ko'ra diamagnit (tsianid kompleksi) yoki paramagnit (akva-kompleks) hossalarga ega bo'lishi mumkin.

Demak, kompleks birikmalarning markaziy ionining elektron tuzilishi, ligandning spektr-kimyoviy qatorda joylashishi va kompleksning simmetriyasi uning magnit va spektroskopik husisiyatlarini belgilaydi va oldindan bu hususitalarni prognoz qilishga imkoniyat beradi.

Ligandlarning “kuchi”ni ularning *spektr-kimyoviy qatorda* joylashishi asosida aniqlash mumkin.

Ligandlarning spektr-kimyoviy qatori

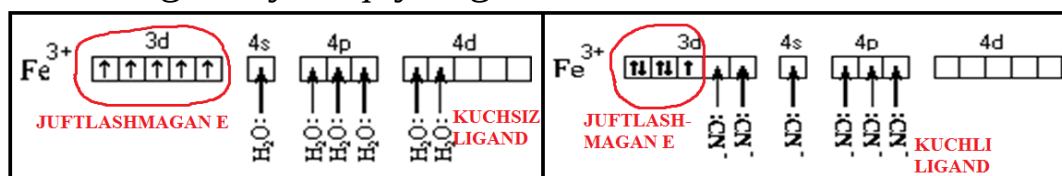


Kuchsiz ligandlar	O'rta kuchlanishdagi ligandlar	Kuchli ligandlar
I^- , Br^- , Cl^- , OH^- , F^-	H_2O , NCS^- , CH_3COO^- , NH_3	NO_2^- , CO , CN

Электронная конфигурация координ. иона	Ион-комплексобразователь	P , cm^{-1}	Лиганды	Δ , cm^{-1}	Электр. конфигурация октаэдр. иона	Спиновое состояние
d^4	Cr^{2+}	23500	H_2O	13900	$d_e^3 d_\gamma^1$	BC
	Mn^{3+}	28000	H_2O	21000	$d_e^3 d_\gamma^1$	BC
d^5	Mn^{2+}	25200	H_2O	7800	$d_e^3 d_\gamma^2$	BC
	Fe^{3+}	30000	H_2O	13700	$d_e^3 d_\gamma^2$	BC
d^6	Fe^{2+}	17700	H_2O	10400	$d_e^4 d_\gamma^2$	BC
		17700	CN^-	33000	$d_e^6 d_\gamma^0$	HC
	Co^{3+}	21000	F^-	1300	$d_e^4 d_\gamma^2$	BC
		21000	NH_3	23000	$d_e^6 d_\gamma^0$	HC
d^7	Co^{2+}	22500	H_2O	10100	$d_e^5 d_\gamma^2$	BC

Lekin uch valentli temir birikmalarini elektron tuzilishi ikki valentlik ionlardan farq qiladi.

Fe (III) hosil qilgan $[Fe(H_2O)_6]^{3+}$ va $[Fe(CN)_6]^{3-}$ komplekslarining electron konfiguratsiyasi quyidagicha:



Demak, $[Fe(H_2O)_6]^{3+}$ va $[Fe(CN)_6]^{3-}$ komplekslari doim paramagnit hossalarga ega.

$[Zn(H_2O)_4]^{2+}$ va $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ komplekslari (koord.son=4) ikki turdagi struktura hosil qilishi mumkin: $[Zn(H_2O)_4]^{2+}$ - tetraedr (sp^3 -gibridizasiya), $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ - tekislikdagi kvadrat (dsp^2 -gibridizasiya).

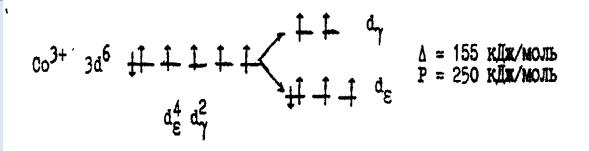
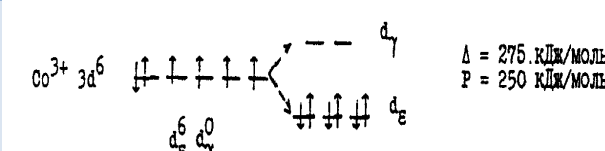
CASE-STUDY # 3

Cobalt (III) ioning turli ligandlar bilan koordinatsion birikmalarini va uning elektron tuzilishini o'rganish asosida magnit hossalarni prognoz qilish³⁵.

K

K

³⁵ Ядерный магнитный резонанс в неорганической и координационной химии. Растворы и жидкости / Федотов М.А. - 2010. - ISBN: 978-5-9221-1202-4. - 384 стр. - Издательство "Физматлит". Электронно-библиотечная система. http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=2151

	
H u n d q 	d q o b i
[CoF₆]³⁻ ioni juftlashmagan elektronlar bo'lganligi sababli paramagnit hossalarga ega.	[Co(NH₃)₆]³⁺ ioni juftlashmagan elektronlar bo'lmaganligi sababli diamagnit hossalarga ega.

28- §. Magnit tahlil apparatlari, tuzilishi va qo'llanilish imkoniyatlari.

28.1. YMR-spektrometrlar.

Moddalarning magnit hossalari o'rganish uchun YMR-spektrometrlar qollaniladi.

AVANCE IITM - 500 YMR-spektrometri - impuls rejimda ishlaydigan o'ta o'tkazuvchan magnit bilan jihozlangan Furier transformatsiyasi funksiyali ko'p funktsional spektrometr hisoblanadi.

AVANCE IITM - 500 YMR-spektrometri eritma, gellar va qattiq kukunli organik va noorganik moddalarni ^1H (500.0 MHz), ^{13}C (125.2 MHz), ^{14}N , ^{15}N , ^{19}F , ^{29}Si , ^{31}P va undan yuqori (CP / MAS pristavkasi bilan; protonni bostirish quvvati 300 kVt) yadrolari asosida YMR-spektrlarini o'rganishga imkon beradi.

Spektrometr harorat tizimi bilan jihozlangan, u ichki barqarorlik rejimida 2H rezonans chizig'i bo'ylab ishlaydi. ^1H yadrolari uchun sezuvchanlik darajasi 0,1% etilbenzol eritmasi uchun 200: 1 ni tashkil qiladi.

YMR tahlili vaqtida moddaga doimiy B_0 magnit maydoni va unga perpendikulyar bo'lgan kuchsiz radiochastotali B_1 maydon ta'sir etadi. Usulda magnit momentga ega bo'lgan yadrolarga tashqi magnit maydon ta'sir etganda, yadrolar boshqa energetik pog'onaga siljiyda, impuls toxtatilgan holda – ular o'z energetik holatiga o'tadi va shu vaqt o'zida elektromagnit nurlanish chiqaradi. Natijada rezonans tebranishlarining pasayish tasviri hosil bo'ladi, bu tasvirda rezonansga kirgan yadrolarning barcha signallari aralashgan bo'ladi – tahlil qilinayotgan moddaning kimyoviy tarkibi va fizik holatiga, rezonans etayotgan yadrolar soniga (ko'pincha vodorod yadrosi – protonlar) bog'liq bo'lgan ozod induksiya pasayish signali hosil bo'ladi.

28.2. NMR spektrometrining asosiy qismi -bu kuchli magnit.

Persell (1946 yil) tomonidan birinchi o'tkazilgan tajribada, diametri 5 mm bo'lgan shisha ampulaga joylashtirilgan namuna kuchli elektromagnit polyuslari orasida joylashtiriladi. Keyin ampula aylana boshlaydi va unga ta'sir qiluvchi magnit maydon asta-sekin kuchayadi. Radiatsiya manbai sifatida yuqori kuchlanishli radio chastotali generator ishlatiladi. Kuchayib borayotgan magnit maydonining ta'sirida spektrometrda o'rnatiladigan yadrolar rezonans qilishni boshlaydi. Bunday

holda, ekranlangan yadrolar qurilmaning nominal chastotadan bir oz past chastotada rezonanslashadi.

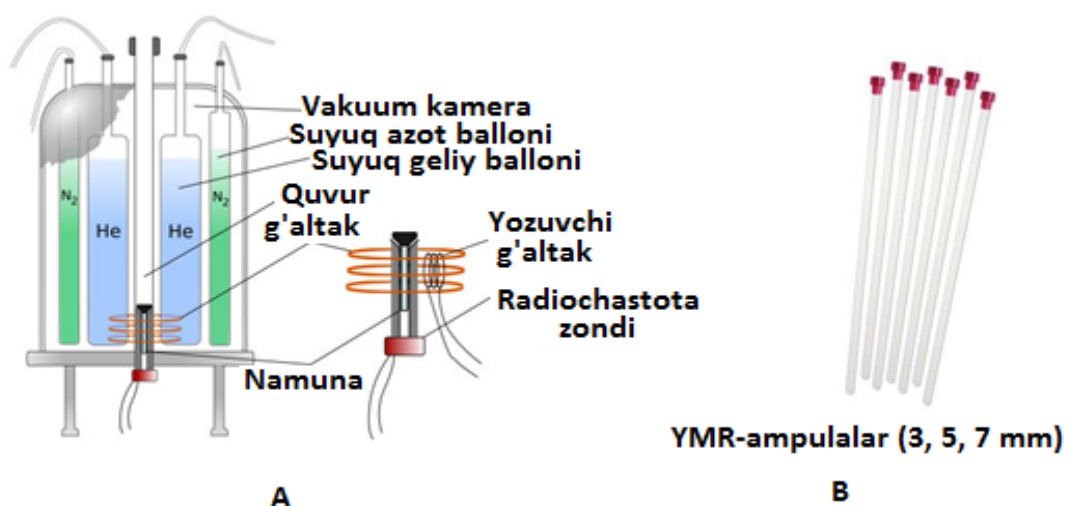
Energiya yutilish radio chastotali ko'prik tomonidan qayd etiladi va yozib olinadi. Chastotani ma'lum chegaraga etib borguncha ko'paytirib boriladi, bundan keyin rezonans holati kuzatilmaydi.

Ko'prikdan keladigan oqimlar juda kichik bo'lgani sababli, tahlilda bitta spektrni olish bilan cheklanib qolmay, bir necha o'nlab o'lchivlar amalga oshiriladi. Qabul qilingan barcha signallar sifati qurilmaning **“Signal/shovqin”** nisbatiga bog'liq bo'lgan yakuniy grafikda umumlashtiriladi. Ushbu usulda namuna o'zgarmas chastota ostida radio chastotali nurlanishiga duchor keladi, shu bilan birga magnit maydonning kuchi o'zgaradi, shuning uchun uni **doimiy maydon usuli (CW)** deb ham atashadi.

NMR spektroskopiyasining an'anaviy CW usuli ko'plab kamchiliklarga ega. Birinchidan, har bir spektrni qurish uchun ko'p vaqt talab etiladi. Ikkinchidan, tashqi shovqin tahlilga katta ta'sir ko'rsatadi va odatda, natijada paydo bo'lgan spektrlar ko'p shovqinlarga ega. Uchinchidan, yuqori chastotali spektrometrlar (300, 400, 500 va undan ko'p MHz) bu usulda yaratilib bolmaydi.

Shuning uchun zamonaviy YMR-spektrometrlar konfiguratsiyasida qabul qilingan signalning Fur'e-aylantirish funksiyasi bilan jihozlangan **impuls spektroskopiya (PW) usulidan** foydalanadi. Hozirgi vaqtda barcha **NMR spektrometrlari doimiy magnit maydonga ega bo'lgan kuchli supero'tkazuvchi magnitlar** asosida quriladi.

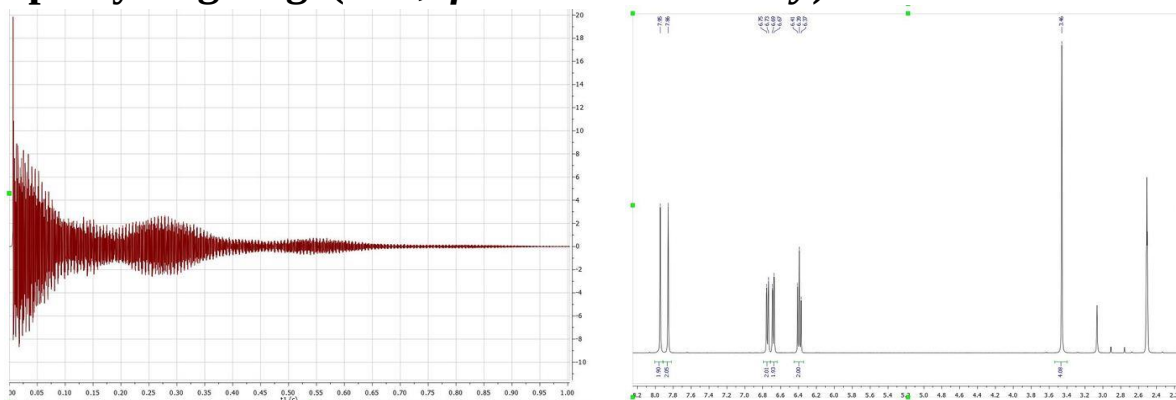
CW usulidan farqli holda, zamonaviy PW usulida impuls spektrometrlarda (152- rasm) namunani yadrolariga "doimiy to'lqin" bilan emas, balki ularga **bir necha mikrosekund davomiylikda qisqa impuls**lar ta'sir etiladi. Barcha yadrolarga bir xil nurlantirilish ta'sir etishi kerak, shuning uchun usulda "qattiq impuls" - yuqori quvvatli qisqa pulslaridan foydalaniladi. Impuls ta'sir etish davomiyligi chastota diapazonining kengligi spektrning kengligidan bir-ikki tartib kattaroq bo'lishi uchun tanlanadi. Quvvat bir necha Vatt tashkil etadi.



152-rasm. A - YMR-spektrometr sxemasi³⁶. Suyuq azot va suyuq geliy yuqori o'tkazuvchan magnitni to'g'ri ishlashini ta'minlaydi.

B- YMR-tahlilda namuna uchun ampulalar (3, 5, 7 mm), qanchalik ampula material diamagnit bo'lsa, shunchalik yaxshi tahlil natijalari olinadi.

Impuls spektroskopiya usuli natijasida rezonans tebranishlarnishni pasayish tasviri (153-rasm, A) hosil bo'ladi, bu rezonansga kirgan barcha yadrolarning signallari aralashmasi hisoblanadi. Bu tasvirda nurlanish intensivligini vaqt davomida o'zgarishini tasvirlanib, **FID induksiyaning pasayish grafigi (FID, free induction decay)** deb nomlanadi.



A

B

153-rasm. Moddaning YMR-spektri: A – spektrometr datchilari shakllantirgan FID induksiyaning pasayish grafigi (abscissa o'qi bo'yicha- vaqt; ordinata o'qi bo'yicha – nurlanish intensivligi); B

³⁶ http://ccu.kirensky.ru/img/buklet_ccu.pdf

– *Fur'e-almashtirish funksiyalari yordamida tahlil qilishga qulay bo'lgan YMR-spektrini olamiz (intensivlikni chastotaga bog'liqligi).*

Ushbu spektrni tahlil etish uchun qulay bo'lgan holga aylantirish uchun har qanday funktsiyani ko'plab harmonik tebranishlar yig'indisi sifatida ifodalash mumkin bo'lgan Fur'e-aylantirish matematik usullaridan foydalaniladi. Natijada tahlil qilishga qulay bo'lgan intensivlikni chastotaga bog'liqligini ifodalaydigan moddaning YMR-spektri hosil bo'ladi (153-rasm, B).



154-rasm. Zamonaviy Bruker Avance 500 MHz, 600 MHz, Varian 900 MHz YMR-spektrometrlar³⁷.

Zamonaviy Bruker Avance 500 MHz, 600 MHz, Varian 900 MHz markali YMR-spektrometrlar Fur'e-aylantirish funksiyasi bilan jihozlangan bo'ladi (154-rasm).

28.3. YMR-spektroskopiyada namunalarga qo'yiladigan talablar

O'rganilayotgan elementlarning yadrolarining spini nolga teng bo'lmasligi kerak.

1. CP / MAS uch rezonans sensori uchun namunalar

Kukunli materiallar:

minimal hajmi - 0,1,

maksimal hajmi - 0,3.

Ikki rezonans holatida kuzatilgan yadrolarning diapazoni: ^1H , ^{31}P , ^{15}N ;

X kanali bo'ylab uch tomonlama rezonans holatida kuzatilgan yadrolarning diapazoni: ^{32}P - ^{29}Si ;

³⁷ <https://researchpark.spbu.ru/equipment-dfm-rus/711-dfm-avance-rus>

Y kanali bo'ylab uch rezonans holatida kuzatilgan yadrolar diapazoni: ^{71}Ga - ^{15}N ;

2. CP / MAS ikki tomonlama rezonans sensori uchun namunalar:

Kukunli materiallar:

minimal hajmi - 0,1,

maksimal hajmi - 0,3.

O'rganiladigan yadrolar oralig'i: ^1H , ^{109}Ag - ^{13}C .

3. Kengaytirilgan harorat oralig'iga ega keng chiziqli sensor uchun namunalar:

Namuna har qanday shaklda bo'lishi mumkin va diametri 0,5 sm va balandligi 3 sm bo'lgan silindrga joylashtirilishi kerak.

O'rganiladigan yadrolar oralig'i: ^{109}Ag - ^{31}P .

28.4. Zamonaviy Bruker Avance 500 MHz spektrometri komplekt to'plami

B-SVT tizimi	Harorat va gaz oqimini boshqarish va namuna haroratini saqlash uchun aqlli ko'p kanalli tizim. Bruker sensorlariga o'rnatilgan termojuft va isitgichlarni boshqaradi. Kompyuterdan to'liq boshqaruvni ta'minlaydi. Namunaning harorati saqlanishi aniqligi $\pm 0,1^\circ \text{C}$. Namuna haroratini o'lchash aniqligi (xona haroratining $\pm 1^\circ \text{C}$ turg'unligini hisobga olgan holda) $\pm 0.01^\circ \text{C}$.
CP / MAS datchiklar	Ikki rezonans sensori. Sensorning ischi harorat diapazoni: -120°C dan $+300^\circ \text{C}$ gacha. Kuzatilgan yadrolar: ^1H , ^{109}Ag - ^{13}C . Maksimal tezlik kamida 15 kHz.
Past haroratli tizim, SmartVT interfeysi	Past haroratli qattiq holatdagi NMR tajribalar uchun tizim. Ish harorat: -150°C dan pastroq va xona haroratiga qadar. Harorat bloki bilan aloqa qilish uchun SmartVT interfeysini o'z ichiga oladi.
DVT uch chastotali	Uch chastotali rezonans sensori CP / MAS, WB bitta RF / H / C / N bilan ta'minlangan.

rezonans sensori	Namunaning harorat oralig'i: -140- + 150 ° C. Chastotalar diapazoni: 31P-15N.
HPBBHT datchik	Keng chiziqlar datchigi - kengaytirilgan harorat diapazoni bilan. Solenoid rulonlari: 5, 7.5 va 10 mm Namunaning harorat oralig'i: -100 - +400 ° C (namuna joylashtirish uchun keramik qism). Chastotalar diapazoni: 109Ag-31P.
Krio-modul	Past haroratli sensorlar uchun krio-modul, shu jumladan kryostat, boshqaruv tizimi, sovutish liniyasi.

29-§. Mass-Bauer spektroskopiyasi va spektrometriyasi.

29.1. Mass-Bauer spektroskopiyasi asoslari.

Mass-Bauer spektroskopiyasi³⁸ – qo'llanilish sohasi tor hisoblanadigan, lekin ba'zi holatlarda (ayniqsa temir tutgan moddalarni o'rganishda) juda yahshi natijalar beradigan rezonans usullaridan biri.

Mass-Bauer spektroskopiyasining fizikaviy asosi- usul γ -nurlarni qattiq holatda bog'langan yadrolarning tarqatishsiz rezonansli yutililish hodisasiga asoslangan (modda qattiq holda bo'lmasa kerakli bo'lgan rezonans kuzatilmaydi) .

Ushbu rezonansni kuzatish γ -nurlar manbasining chastotasi namunaning yutilish chastotasiga teng (yaqin) bo'lishi kerak. Bu usulni imkoniyatlarini cheklatadi, chunki kam elementlarni o'rganishga imkoniyat beradi.

Yadro Gamma-rezonans usuli (Mass-Bauer spektroskopiya usuli) 1958 yil Germaniyalik olim Rudolf Mössbauer tomonidan ilk bora aniqlangan effektni o'rganishga asoslangan.

29.2. Mass-Bauer spektroskopiya usuli yordamida qalay va temir moddalarini or'ganish.

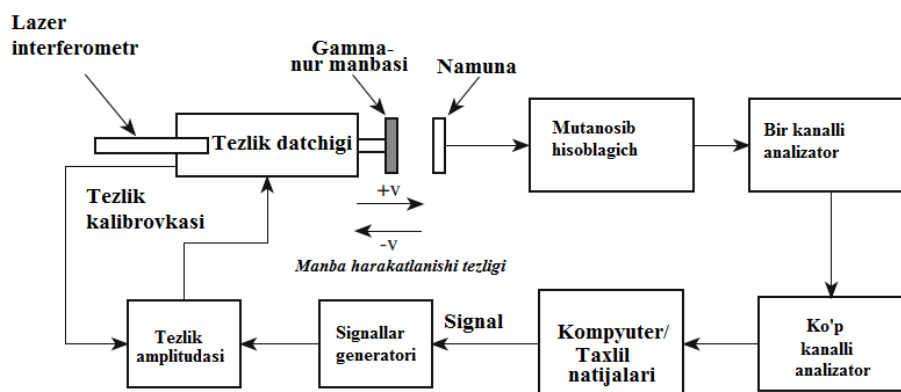
Silikat materiallar sohasida **Mass-Bauer spektroskopiya usuli** yordamida ikkita elementni o'rganish qulay hisoblanadi – bu Sn (qalay) va Fe (temir). Ushbu usul moddalardagi o'zaro bog'liqlik va koordinatsion tuzilish, hamda valentlik (oksidlanish) holati haqida batafsil ma'lumot beradi.

Usulda elementarning atom soni Z katta e'tiborga ega, shuning uchun usulda faqat ma'lum izotoplarni qo'llash mumkin³⁹. Masalan, temirning ^{57}Fe izotopi – radioaktiv nurlanish manbai sifatida ^{57}Co izotopi bilan birgalikda qollangan holda usulda foydalanilishi mumkin (Tabiiy Fe tarkibida 2,19 mas. % ^{57}Fe izotopi mavjud).

155-rasmda Mossbauer spektrometrining sxemasi ko'rsatilgan. Gamma-nurlar manbai ^{57}Co magnit bo'lmagan matritsa ichiga joylashtirilgan (matritsa namunaga ta'sir etmayadigan va γ -nurni juda kuchli yutmaydigan moddadan tayyorlanadi).

³⁸ Carter C.Barry, Norton M.Grant. Ceramic materials. Science and Engineering. Springer International Publishing AG. 2007. -166 bet.

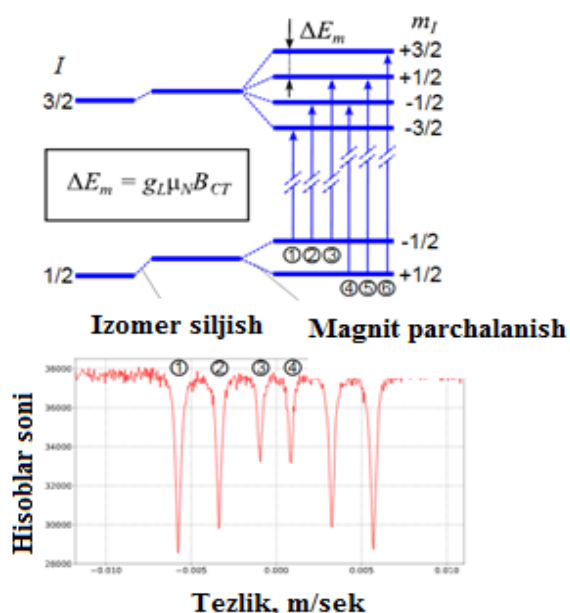
³⁹ Портал «Mössbauer Effect» - <http://www.mössbauer.info>



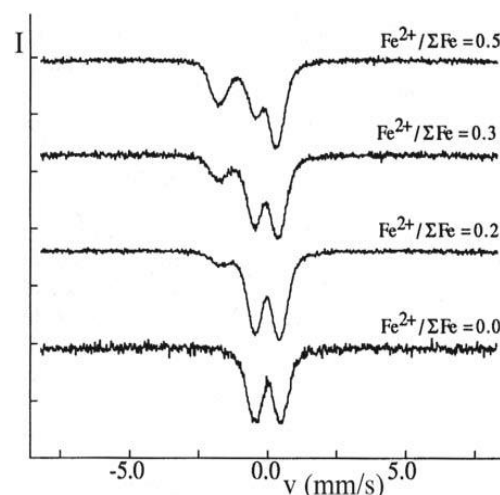
155-rasm. Mass-bauer spektrometrining sxemasi.

Manba o'zgaruvchan tezlik bilan namuna tomon va teskari tomonga harakatlanadi. Tezlik datchik yordamida boshqariladi. Gamma nurlar manbadan chiqib namunaga yonaltiriladi, namunadan o'tgan nurlar hisoblagichda yozib olinadi va analizatorlar yordamida Mass-bauer spektriga aylantiriladi (156-rasm, A-B).

Tizimni ^{57}Fe metal izotopi yordamida kalibrlash mumkin. ^{57}Fe izotopining YMR-spektrida oltita kutilgan pik hosil bo'lishini kuzatish mumkin (156-rasm, A). ^{57}Co izotopi gamma-nurlar manbai 14,4 keV da emissiya cho'qqisiga ega; manbaning tezlikni o'zgartirgich (tezlik datchigi) yordamida ozgartiriladi va manba bir qator tezliklar bo'ylab harakatlanadi.



A



B

156-rasm. Temir ^{57}Fe izotopining YMR-spektri (A); Tarkibida turli oksidlanish holatlaridagi Fe tutgan shisha namunalarning Mass-Bauer spektrlari (B).

Gamma-nurlar manbasi va yutuvchi namuna nisbiy tezligining o'zgarishi (sm / s tartibida) yadroning nozik struktura tuzilishini, uning kimyoviy muhitiga bog'liq holda hal qilishga imkon beradi, energiya qatlamlarini kimyoviy muhitga bog'liqligi izomerik siljish deb ataladi.

29.3. Mass-Bauer yutilish spektri.

Namunaning yutilish koeffitsientining manba va namunaning nisbiy tezligiga (ya'ni, yutilgan gamma nurlarining energiyasiga) bog'liqligi Mass-Bauer yutilish spektri deb nomlanadi. Ushbu spektr bizga o'rganilayotgan moddada atomning elektron tuzilishini, uni o'rab turgan kimyoviy guruhlarni va ularning o'zaro ta'sirining xususiyatlarini aniqlashga imkon beradi⁴⁰.

O'z ichiga turli oksidlanish holatlaridagi Fe tutgan shisha namunalarining Mossbauer spektrlari 156-B-rasmda keltirilgan. Spektrlardagi farqlar aniq, lekin tahlil boyicha 2+ holatida Fe ning miqdorini aniqlash uchun tizimni keng kalibrlash talab etiladi. (Bu rasmda piklar tezlik birliklarida mm/s ko'rsatilgan.)

Mass-Bauer spektroskopiya usuli natijalari temirning oksidlanish darajasi va Fe ionining koordinatsiyasi haqida to'liq ma'lumot beradi⁴¹.

Turli kimyoviy tuzilishdagi (koordinatsiyadagi) yadrolar manbadan bir hil chastotada energiayni yutmaydi; bu kimyoviy siljish (yoki izomer) deb nomlanadi va Mass-Bauer spektroskopiya uzuli yordamida aniqlanadigan asosiy xususiyatlardan biri hisoblanadi.

Bu usulda o'rganilgan boshqa izotoplar - ¹¹⁹Sn (manba: metastabil ¹¹⁹Sn), ¹²¹Sb (manba: metastabil ¹²¹Sb) va ¹⁵¹Eu (manba: ¹⁵¹Sm).

25- jadvalda qalay (Sn) uchun kimyoviy siljishlar to'g'risida ma'lumotlar keltirilgan. Berilgan ma'lumotlar bilan solishtirgan holda qalayning no'malum moddasida valent holatini uning Mass-Bauer spektrlari asosida oson aniqlash mumkin. Mass-Bauer spektroskopiya uzuli yordamida qalay sirlari (glazur) va tarkibida qalay tutgan keramik pigmentlar tahlil qilingan. Usul uchun juda oz miqdorda material, odatda 50

⁴⁰ <https://surfmoss.iqfr.csic.es/en/instruments/moessbauer-spectrometers>

⁴¹ Kovnir, K., et al, *Spin-Glass Behavior in LaFe_xCo_{2-x}P₂ Solid Solutions: Interplay Between Magnetic Properties and Crystal and Electronic Structures*, **Inorg. Chem.**, 50 (2011)

mg kukun talab etiladi. Katta hajmdagi materiallar va namunalarni ham tahlil qilish imkoniyatari mavjud.

25-jadval. ^{119}Sn birikmalarida kimyoviy siljish va uning qalayning valentligiga bog'liqligi

Valentlik holati	Elektron konfiguratsiya	Kimyoviy siljish (mm/s)
Sn^{4+}	$5s^0 5p^0$	0
Sn (4-covalent)	$5(sp^3)$	2.1
Sn^{2+}	$5s^2 5p^0$	3.7

29.4. Moss-bauer spektroskopiyasidan qo'llanilish sohalari

- ✓ Temirni aniqlash, tarkibida temir bo'lgan minerallarni topish
- ✓ Temir ionlarining valentlik holatini, tuzilishini va kimyoviy bog'lanishini aniqlash
- ✓ Murakkab va qotishmalarning magnit xususiyatlari, ferromagnitlarda ichki magnit maydonni aniqlash
- ✓ Mossbauer spektroskopiyasidan ko'plab fanlar, jumladan kimyo, biokimyo va geologiya foydalanadi.

29.5. Magnit usullarning afzalligi, kamchiligi va qo'llanilish imkoniyatlari.

Yadro-magnit rezonans spektroskopiyaning asosiy afzalliklari:

- ✓ Yuqori aniqlik - optik spektroskopiya bilan ko'ra o'n barobar yuqori aniqlik darajasi;
- ✓ Rezonans yadrolar miqdorini o'lchash imkoniyati. Bu moddalarni miqdoriy tahlil qilish uchun imkoniyat beradi.
- ✓ YMR spektrlari sinov moddasida sodir bo'ladigan jarayonlarning xususiyatlariga bog'liq. Shuning uchun ushbu jarayonlarni ko'rsatilgan usul bilan o'rganish mumkin. Bundan tashqari, vaqt diapazoni juda keng doirada - ko'p soatlardan bir soniyagacha tahlil qilish imkoniyati mavjud.

- ✓ Zamonaviy elektron uskunalar va kompyuterlar YMR spektrlarni tadqiqotchilarga qulay bo'lgan shaklda olishga imkoniyat beradi. Ushbu holat eksperimental ma'lumotlardan amaliy foydalanishga yordam beradi.
- ✓ YMR-spektrometriya D.Mendeleev davriy jadvalning ko'p elementlarining spektrini keng harorat diapazonida yozib olishga imkon beradi.

Yadro-magnit rezonans spektroskopiyaning asosiy kamchiliklari:

- ✓ YMR spektroskopiyada faqat magnit momenti 0 ga teng bo'lmagan moddalarni o'rganish mumkin;
- ✓ YMR-spektrometrlari yuqori-otkazuvchan magnitlarni sovitish uchun suyuq geliy va azot talab etadi, bu esa apparatni ekspluatatsiya sharoitlarini kiyinlashtiradi;
- ✓ YMR-spektrometrlari murakkab tuzilishga ega va ularda ishlash uchun maxsus tayyorgarlikdan o'tgan mutaxassis talab etiladi;
- ✓ Sezgirlik darajasi boshqa usullar (optik spektroskopiya, fluorescent tahlil, EPR) bilan solishtirganda pastroq: Signal/shovqin ko'rsatkichi kichik bo'lishi uchun uzoq muddatli tahlil (ba'zilar hafta davomida) bajarish talab etiladi, eksperiment bajarish shartlari aniq amalga oshirilishi kerak bo'ladi (tahlil davomida magnit maydon bir tekisligi, namunalar uchun maxsus ampulalar, deyteriy-eritgichlar va b.) ;
- ✓ YMR-spektrometrlari noyob va qimmat uskunalar turkimiga kiradi (apparat yuz mingdan bir necha million dollargacha bo'lishi mumkin).

Mavzu boyicha savollar:

1. Magnit hossalari boyicha moddalarning klassifikatsiyasi va turlariga qarab qo'llanilish sohalarini keltiring.
2. Nega YMR spektroskopia usulida faqat yadrosi magnit momenti (spini) nol bo'lmagan moddalar tekshirilishi mumkin? Javobni isbotlab bering.
3. YMR-spektrometrida suyuq geliy nima uchun qo'llaniladi?

Mavzuga oid testlar:

1. Silikat materiallarni YMR-usulida taxlil qilish uchun kremniyning qaysi izotopidan foydalanilmaydi?

- A. ^{29}Sc
- B. ^{29}Si
- C. ^{30}Si
- D. hamma izotplaridan foydalaniladi
- E. ^{28}Si

2. YMR qaysi yadrolarda kuzatiladi?

- A. Magnit momenti yoq bolganda
- B. Magnit momenti nolga teng bo'lmaganda
- C. Magnit moment qarama qarishi b'olganda
- D. Magnit momenti nolga teng bo'lganda
- E. Magnit va elektr moment teng bo'lganda

3. Ilk bor elektron paramagnit rezonans (EPR, ESR) qachon kashf etilgan.

- A. 1944-yilda
- B. 1895-yilda
- C. 1984-yilda
- D. 1900-yilda
- E. 1650-yilda

4. Ilk bor elektron paramagnit rezonans (EPR, ESR) kim kashf etgan?

- A. Evgeniy Zavoytskiy
- B. Vilyam Rentgen
- C. Vulf va Bregg
- D. M. Faradey
- E. Feliks Bloch va Edvard Mills Parcell

5. Silikat materiallarni YMR-usulida taxlil qilish uchun qaysi element izotoplari qulay?

- A. ^2H , ^{27}Al , ^{11}B
- B. ^{15}N , ^{19}F , ^{29}Sn
- C. ^{29}Sc , ^{27}Al , ^{10}B
- D. ^{29}Si , ^{27}Al , ^{11}B

E. ^{13}C , ^{14}N , ^{15}N

6. 2D FT-NMR (YMR) ilk uskunasini kim ixtiro qilgan?

- A. T.A.Cross, S.J.Opellalar 1983-yil
- B. Isidor Isaak Rabi 1938-yil
- C. M. Faradey 1964-yil.
- D. Richard R.Ernst 1975-yil
- E. Feliks Bloch va Edvard Mills Parcelllar 1974

7. Qattiq moddaning NMR (YMR) kim aniqlagan?

- A. Feliks Bloch va Edvard Mills Parcelllar 1974
- B. Isidor Isaak Rabi 1938-yil
- C. T.A.Cross, S.J.Opella –1983
- D. M. Faradey 1964-yil.
- E. Richard R.Ernst 1975-yil

8. Yadro magnit rezonans (NMR) mazmuni

- A. Yuqori energiya va singib ketish qobiliyatiga ega
- B. Moddaga tushayotgan nurni yadroning impulsi bilan birlashtirib, yadroni rezonansga kiritadi
- C. Yadroni fotoeffekt qobiliyatiga ega
- D. Termo effektga ega issiqlikni chiqishi va yutilishi
- E. Ko'z bilan ko'rinadigan nurlar ta'sirlashuvi

9. Yadro massasi qaysi formula yordamida aniqlanadi?

- A. $M=n+p$
- B. $A= M+N$
- C. $n=p-M$
- D. $N=M-A$
- E. $E=mc^2$

10. Mass-Bauer spektroskopiyasida nurlanish spektriga qanday talab qoyiladi?

- A. γ -nurlar manbasining chastotasi namunaning yutilish chastotasiga teng bo'lishi kerak
- B. γ -nurlanish yaqin UB-sohada bo'lishi kerak
- C. γ -nurlanish uzoq UB-sohada bo'lishi kerak

- D. γ -nurlanish qattiq rengen sohada bo'lishi kerak
- E. γ -nurlanish yumshoq rengen sohada bo'lishi kerak

11. NMR spektrometrining asosiy qismi –bu.....

- A. Rentgen trubka
- B. Kuchli elektr tok
- C. elektr impuls
- D. Magnit momenti
- E. Kuchli magnit

12. Kuchli magnit xossalarga ega moddalar

- A. Ferromagnit
- B. Paramagnit
- C. Diamagnit
- D. Antiferromagnit
- E. Antiferrit

13. Kuchli magnit xossasiga ega elementlarni toping

- A. Alyuminiy, kaliy, mis
- B. Temir, kobalt, nikel
- C. Kalsiy, natriy, kobalt
- D. Mis, kumush, rux
- E. Temir, kadmiy, kislorod

14. Mossbauer spektroskopiyasidan qo'llanilish sohasini ko'rsating

- A. Faqat gaz holatdagi namunalar
- B. Gaz, suyuq va qattiq holatdagi moddalar
- C. Temir miqdorini aniqlash
- D. Moddalar energiyasini o'lchash
- E. Moddalarni spektr o'tkazuvchanligini o'lchash

15. Magnit usullar – bu.....

- A. Tuzlar, kislota, ishqorlarni tezda aniqlash
- B. Moddalarning magnit momentini o'lchash uchun foydalaniladi
- C. Metall va metal qotishmalar, yarimo'tkazgichlarni aniqlash

- D. Organik va noorganik moddalarni aniqlash
- E. Kvarts minerallarini aniqlash

16. Atomda elektronlar 2 turdagi harakati qanday?

- A. Spin va manfiy
- B. Musbat va spin
- C. Orbital va spin
- D. Spin va qarama qarshi
- E. Tebranma va deformatsion

17. YMR-spektrometrni sovitish uchun qanday moddalar kerak?

- A. Suyuq geliy va azot
- B. Quruq muz va organik moylar
- C. Sovuq suv va muz
- D. Sovuq havo
- E. Sovutish kerak emas

18. Spin yadro turiga qarab qanday son qiymatlarida bo'ladi?

- A. $+1/2$ va $-1/2$
- B. 1, 2, 3, 4...
- C. -1, -2, -3...
- D. $-1/2$ va 0
- E. 0, $1/2$, 1, $1/3$

19. Diamagnetiklar – bu?

- A. Shisha, temir, nikel, chinni
- B. Shisha, inert gazlar, vodorod, azot, kremniy
- C. Kalsiy, natriy, kobalt
- D. Mis, kumush, rux
- E. Temir, kadmiy, kislorod

20. Silikat sohasida Mass-Bauer spektroskopiya qo'llanilishi?

- A. Hg (simob) va Fe (temir) aniqlash uchun
- B. Sn (qalay) va Fe (temir) aniqlash uchun
- C. Sn (qalay) va Hg (simob) aniqlash uchun
- D. N (azot) va He (geliy) aniqlash uchun
- E. Co (kobalt) va Ni(nikel) aniqlash uchun

MUSTAQIL ISHASH UCHUN NAZORAT TOPSHIRIQLARI

Tushunchalarning to'g'ri talqinini toping:

#	TUSHUNCHA	TALQINI (To'g'risini toping)
I BOB. KIRISH. MIKROSKOPIK VA ELEKTRON MIKROSKOPIK TAHLIL USULLARI.		
1	Fizik kimyoviy taxlil usullari - bu:	Kristal moddalarning optik ko'rsatkichlarini o'rganadigan fan.
2	Kristalloptika usuli - bu:	Anorganik moddalar bir va ikki nikol yordamida tekshiriladi
3	Yorug'lik nurlarini to'liq uzunliklari:	Xom ashyo va materiallarni tarkibi, tuzilishi va strukturasi o'rganishda qo'llaniladigan usullar.
4	Mikroskoplar turlari	Minerallarning izotrop yoki anizotrop (yorug'lik nurini oddiy sindirishi yoki ikkiga ajratishi), nurning so'nish xarakteri (to'g'ri, o'tkir yoki o'tmas burchak ostida)
5	Polyarizatsion mikroskop	Gollandiyalik olim A. Levenguk va angliyalik olim R. Guk
6	Polyarizatsion mikroskopda parallel nurlar ostida o'rganiladi:	Tabiiy mineral va jins hosil qiluvchi kimyoviy elementlarning taqsimlanishi hisobga olinadi.
7	Mikroskopiya usulining asoschisi	Polyarizatsion, mikrozon, Elektron
8	Mikroskopik taxlilning immersion usulida aniqlanadigan xususiyat	Immersion taxlil, metallografik taxlil, monokristallar taxlili kiradi
9	Optika usullari – bu gruppaga	Mineralning nur sindirish ko'rsatkichi
10	Petrokimyo usuli	0,40 mikron - 0,76 mikron.
II BOB. RENTGENOGRAFIK TAHLIL USULLARI (XRD).		
1	Rentgen trubkasi rentgenografik apparatlarda vazifasi	Difraktometr DRON
2	Rentgen nurlarining to'liq uzunliklari	Rentgen nurini qaytarish burchagi qiymati va ularning intensivligini

		to'g'ridan-to'g'ri beradi.
3	Rentgenografik taxlil apparatlari	0,01-0,00001 mikron.
4	Rentgen nurlarining tirik organizmga ta'siri	Rentgen nurlari to'liq uzunligi, tushish burchagi va kristall panjaradagi atomlararo masofani bog'lanishini belgilaydi
5	Rentgenografiya	Rentgen nurlari manbai bo'lib, u tez uchuvchan elekt-ronlarning yo'lida joylashgan anod bilan to'qnashuvi natijasida yuzaga keladi
6	Vulf-Bregg tenglamasi	Qon tarkibi o'zgaradi va ichki organlar shikastlanadi
7	Rentgen trubkasi	Rentgen nurlari va ularni metall, metall qotishmalari, kimyoviy birikma, mineral va turli xom ashyolarni tadqiqot qilish fani
8	Rentgen nurlari birinchi marotaba	Rentgenoskopiya, rentgenografiya, flyuroografiya
9	Tibbiyotda qo'llaniladigan asosiy rentgen usullari:	Rentgen nurlarni yaratuvchi asbob
10	Diffraktogramma –	Rentgen tomonidan 1895 yilda ochilgan
III BOB. TERMOGRAFIYA TAHLIL USULLARI.		
1	Differensial termik tahlilning apparatlari markasi	Tekshirilayotgan kukunda bir vaqtning o'zida og'irlikni o'zgarishi (TG), og'irlikni o'zgarish tezligi (DTG), temperaturalar farqini o'zgarishi (DTA) va temperaturani o'zgarishi (TA) ni aniqlashga imkon beradi.
2	Dilatometriya - bu	Derivatograf Paulik-Paulik-Erdey
3	Gazovolyumetriya - bu	Aniq temperaturada minerallardan H ₂ O, CO ₂ va boshqa gazsimon fazalarni ajralishiga asoslangan.
4	Derivatograf imkoniyatlari	Jism va materiallarning kengayishini o'lchaydigan usul.

5	TA - bu	Differensial derivatografik tahlil
6	DTA - bu	Termik tahlil
7	DTG - bu	Entalpiya, kalorimetrlar
8	Termik analizda o'lganadigan parametr va o'lchash asbobi	Differensial termik tahlil
9	Differensial termik analizda o'lganadigan parametr va o'lchash asbobi	Massa; termotaroqlar
10	Termogravimetrik analiz o'lganadigan parametr va o'lchash asbobi	Namuna va etalon o'rtasidagi temperaturalar farqi; DTA apparatlari
IV BOB. SPEKTRAL TAHLIL USULLARI.		
1	IQ nurlanish kashf etilishi	bu 200dan 400 nm gacha to'liq uzunligidagi elektromagnit nurlar
2	IQ nurlanishni materiya bilan ta'siri	faqat molekula yoki molekuladagi atomlarning alohida gruppalari bilan muloqotda bo'ladi, hamda moddadagi kuchsiz bog'langan yoki "ozod" tashuvchi zaryadlar bilan o'zaro ta'sirlashadi
3	Spektral taxlil	usul nurlanuvchi moddalardan chiqayotgan nurlarning spektrini o'rganishga asoslangan
4	Emission spektral tahlil	bu 0,76 dan 1000 mk gacha to'liq uzunligidagi elektromagnit nurlar
5	Adsorbsion spektral tahlil	eritmalaridagi natriy, kalstiy, litiy, kaliy, stronsiy, rubidiy, seziy, bariy, xrom, marganest va magniy elementlarni sifat va miqdoriy analiz qilishda qo'llaniladi.
6	Elektromagnit nurlarning asosiy ko'rsatkichi	Spektrlarning moddaga yutilishini o'rganishga asoslangan
7	Alangali fotometriya usulida	gazlar atomlari bilan ultrabinafsha yoki yo'rog'lik nurlarni yutilish hodisasini o'rganishga asoslangan.

8	Atom-absorbsion spektrometriya (AAS) usuli –	birinchi marta 1800 yilda ingliz olimi Uilyam Gershel tomonidan ochilgan
9	Infraqizil nurlar	Moddalarning kimyoviy tarkibini ularning optikaviy spektri bo'yicha aniqlash usuli
10	Ultra-binafsha nurlar (UV)	To'liq uzunligi, to'liq chastotasi
V BOB. MAGNIT TAXLIL USULLARI.		
1	Magnit usullar	Paramagnetiklar; Diamagnetiklar; Ferromagnetiklar; Antiferromagnetiuklar .
2	Moddalarning magnit hossalari boyicha klassifikatsiyasi (4 asosiy guruh)	Bu moddadagi yadroni harakatlanish momenti (burchak momenti)
3	Yadro magnit rezonans (NMR) usuli	Orbital va spin
4	Yadro magnit-rezonansi hodisasi ochilishi	Magnit momenti $\mu > 1$
5	Yadro spini -	Moddalarning magnit momentini o'lchashga ixtisoslashgan usul
6	Atomda elektron 2 turdagi harakat qiladi:	moddaga tushayotgan nurni yadroning impulsi bilan birlashtirib, yadroni rezonansga kiritish va undan chiqayitgan energiyani o'lchaydigan usul.
7	Mass-Bauer spektroskopiyasi – bu	1938 yilda Isidor Rabi tomonidan molekulalarni o'rganish davomida kashf etilgan
8	Paramagnetiklar magnit momenti	qo'llanilish sohasi tor hisoblanadigan, lekin ba'zi holatlarda (ayniqsa temir va qalay tutgan moddalarni o'rganishda) juda yahshi natijalar beradigan rezonans usuli
9	Diamagnetiklar magnit momenti	Birikmalarning tashqi magnit maydoniga reaksiyasi.
10	Moddalarning magnit hossalari -	Magnit momenti $\mu < 1$

GLOSSARIY

I BOB. KIRISH. MIKROSKOPIK VA ELEKTRON MIKROSKOPIK TAHLIL USULLARI.

Fizik-kimyoviy taxlil - tayyor maxsulot olish uchun ishlab chiqarish jarayonlarida qo'llaniladigan usul va metodlar (xom ash'yo, material yoki yarim fabri-katlarga ishlov berish, aralashtirish, qoliplash, quritish, kuydirish kabi jarayonlar orqali ularning xolati, shakli va xususiyatini GOST, TU kabi texnik sharoitlar talablari bo'yicha o'zgartirish) majmuini to'la ta'minlovchi va shu bilan birga texnologik jarayonlarning turli bosqichlaridagi nazoratni ham o'z ichiga olgan kimyoviy, fizik-kimyoviy va fizikaviy omillar yig'indisi.

Optika usullari. Bu gruppaga umumiy nomi kristallooptika deb ataluvchi immersion taxlil, metallografik taxlil, monokristallar taxlili kirgan bo'lib, ular mahsus optika asboblari - polyarizastion va metallografik mikroskoplari orqali olib boriladi.

Kimyoviy va fizik-kimyoviy usullar -petrografiyaning petrokimyo, petrurgiya, petrofizika kabi soxalari kiradi.

Petrokimyo usuli yordamida jins hosil qiluvchi elementlarning taqsimlanishi hisobga olinadi. Mineralogik - geokimyo usulida esa jinslar tarkibiga kirgan tarqoq xolda va miqdori oz bo'lgan minerallar aniqlanadi.

Rentgenoelektron mikroanaliz metodi yordamida esa minerallarning tarkibi tez va sifatli aniqlanadi.

Petrurgiya usulida sun'iy mahsulotlar o'rganilib, ularning tabiiy minerallar genezisiga o'xshash-o'xshamasligi aniqlanadi.

Petrofizika usullarida turli apparatlar yordamida tektonik prostesslar, ularning zichligi, elektr, issiqlik hamda seysmik to'liqlarning o'tkazuvchanligi kabi xususiyatlari o'rganiladi.

Fizik-kimyoviy taxlilining asosiy usullari - mikroskopiya; elektron mikroskopiya; rentgenografiya; termografiya; IQ spektroskopiya; yadro magnit rezonansi (YaMR); elektron paramagnit rezonansi (EPR); elektronografiya; xromotografiya; magnetoximiya; izotropiya; kimyoviy analiz; spektral analiz; boshqa usullar.

Elektromagnit nurlanish yoki **elektromagnit to'liqlar** deb elektr va magnit maydonlarning fazoda tarqalishi tushiniladi.

Elektromagnit nurlar - zaryadlangan zarrachalar, atom, molekulalar, antennalar va boshqa turli xil narsalar tomonidan

chiqaradigan nurlanishdir. Elektromagnit to'liqlar to'liq uzunligiga qarab, gamma nurlar, rentgen, ultrabinafsha nurlanish, ko'rinadigan yorug'lik nurlari, infraqizil nurlanish, yuqori va past chastotali radioto'liqlarga ajralib turadi.

Elektromagnit nurlanishning doimiy spektri - elektromagnit to'liqlarning umumiy yeg'indisi.

Elektromagnit to'liqlar parametrlari: tebranishlar chastotasi (f) va to'liq uzunligi (l).

Elektromagnit to'liqning tebranishlar chastotasi (f) - 1 sekundiga to'liq tebranishlar sikllari soni.

To'liq uzunligi (l) - bir tebranish davomida nur tarqaladigan masofa (bitta tebranish davri uchun).

Mikroskopik usul - ilmiy-tekshirish ishlari olib borishda mikroskopni qo'llash va mikroskopik preparatlar yordamida juda kichik, mayda, faqat mikroskop bilangina ko'rinadigan zararchalarning spetsifik xossa-xususiyatlarini aniqlashga qaratilgan usuldir. U aniq kimyoviy metodlardan foydalanib, juda oz miqdordagi moddalarni analiz qilish imkonini beradi.

Mikroskop - mayda ob'ektlarni ko'rsatuvchi asbob.

Kristallooptika usuli - tabiiy va sun'iy kimyoviy birikmalar, xomash'yo, material va buyumlar, mineral va kompozitsiyalarning optik ko'rsatgichlarini ularning kristall shakllari, tarkibi va simmetriya qonuniyatlariga bog'liq xolda o'rganuvchi fan.

Kattalashtiruvchi moslamalar – mikroskoplarda ob'ektiv va okulyar orqali bajariladi. Kattalashtirish darajasi - 17,5 X dan to 1350 X gacha.

Nur polyarizatsiyasi – bir tekis polyarizatsiyalangan nurlarni xosil qiluvchi va mikroskopik stolchasi ostidagi polyarizator orqali bajariladi.

Nur interferentsiyasi – interferentsion ranglarning paydo bo'lishi.

Nisbiy miqdorni aniqlash – okulyar setka va integratsion stolcha orqali aniqlanadi.

Bekke chizig'i - kimyoviy birikma va minerallar reliefi.

Pleokroizm – moddaning yutish (absorbtsiyalash) qobiliyatlari.

Nur sindirish ko'rsatkichi (n yoki N) - Snellius va Nyuton tekshirishlari bo'yicha nur tushish burchagi sinusining nur sinish burchagi sinusi nisbatiga aytiladi. U birinchi muxitdagi yorug'lik tezligining ikkinchi muxitdagi yorug'lik tezligi nisbatiga teng.

Simmetriya elementlari - simmetriya o'qlari, simmetriya tekisligi, simmetriya markazi yoki inversiya.

Gabit – kristallarni tashki ko'rinishi bir-biridan tuzilishiga ko'ra farqlanadi.

Nurli mikroskoplar - linzali teleskop - refraktorlardan tortib ikki nurli mikrointerferometrlargacha kiradi.

II BOB. RENTGENOGRAFIK TAHLIL USULLARI (XRD).

Rentgen nurlari - $0,01 \div 0,000005$ mk yoki $0,005-10$ nm to'lqin uzunligiga ega bo'lib, ular yorug'lik nurlari kabi elektromagnit tabiatga ega. Ular musbat yadro va manfiy elektronlardan tashkil topgan atomga doimiy osstillirovkalanuvchi kuchi kabi ta'sir etadi.

Rentgen nurlari kvant nurlari qatoriga kiradi, ta'siri gamma nurlari kabidir. Bu nurlarning xidi yo'q. Ular rangsiz bo'lib, buyumlar ichiga kirishi, singish, tarqalish, yoritish, fotokimyoviy ion hosil qilish, biologik ta'sir ko'rsatish kabi xossa - xususiyatlarga ega.

Rentgen nurlari birinchi marta Rentgen tomonidan ikkita elektrod kavsharlangan shisha naychadan iborat havoni 10^{-5} mm simob ustuni bosimida so'rib olinishi va undan elektr toki o'tkazilishi orqali hosil qilingan. O'rnatilgan elektrodlardan o'ziga xos, ko'zga ko'rinmaydigan nurlar chiqishi qayd etilgan.

“Qattiq” rentgen nurlari - to'lqin uzunligi kichik nurlar - $0,6-0,06$ A°, moddalarning ichiga onsonroq va ko'proq kiradi.

“Yumshoq” rentgen nurlari - to'lqin uzunligi uzun nurlar- $6-60$ A°.

Rentgen nurlarining intensivligi turli modda va jismlardan o'tayotganda o'zgaradi. Bu ularning qalinligi, qattiqligi, solishtirma og'irligi va kimyoviy tuzilishiga bog'liq. Gaz va havo rentgen nurlarini singdirmay hammasini o'tkazib yuboradi. Lekin bariy sulfat yoki qo'rg'oshin ko'p nur o'tkazmaydi. Shuning uchun ular rentgen nurlaridan saqlanish uchun to'siq sifatida ishlatiladi.

Rentgenografik tahlil – rentgen nurlari va ularni metall, metall qotishmalari, kimyoviy birikma, mineral va turli xom ashyolarni tadqiqot qilish fani. U yuqorida sanab o'tilgan moddalarning atom, sub-, mikro- va makrostrukturalari xamda kimyoviy tarkibini aniq bilishga xizmat qiladi. Kimyoviy modda yoki mineral atom darajasidagi tuzilishini tekshirilayotganda kristall panjaralarining turi va parametrlarini aniqlash imkonini beradi.

Rentgen nurlari hosil bo'lishi - katod nurlari, ya'ni elektronlar oqimining rentgenning elektron trubalarida ba'zi metallarni yuzasini bombardimon qilishdan rentgen nurlari hosil bo'ladi. Elektron bog'lari manbai bo'lib trubkadagi volframdan qilingan spiral xizmat qiladi, u 8-12 volt quvvatda ishlaydi. Rentgen nurlari manbai esa antikatod. Elektronlarning to'siqlarsiz harakatini ta'minlash uchun $1,33 \cdot 10^{-4}$ - $1,33 \cdot 10^{-6}$ nm⁻² ($10^{-5} \div 10^{-7}$ mm simob stolbchasi) vakuumda ushlab turiladi.

“Oq” rentgen yorugligi - anoddan kelayotgan rentgen nurlarning oqimi nurlarning turli to'liqin uzunliklarida tashkil topgan. “Oq” rentgen nurlari turli antikatodda tashkil topishidan qat'iy nazar va plenkani to'la qoralashishini ta'minlaydi, ya'ni nurning to'la spektrlarni hosil qiladi.

Vulf-Bregg formulasi - turli birikmalarni kristal panjara yuzasi orasidagi masofani Vulf-Bregg formulasi yordamida hisoblanadi. Bunda moddaning hamma atomlari kristall yuza bo'ylab bir-biridan paralell va teng uzoklikda joylashganligini namoyon qiladi.

Joyidan qo'zg'almaydigan monokristallarni tekshirish usuli - bunda tasvir fotoplenkali kasetaga qora nuqtalar shaklida qayd etiladi. Bu usul adabiyotda Laue usuli ham deb ataladi. Odatda tekshirish uchun o'lchami 0,2-1 mm bo'lgan monokristall olinadi;

Aylanuvchan monokristallni tekshirish usuli yoki Laue metodi - fotoplenkada dog'lar shaklida tasvir olinadi. Namuna tekshirish paytida kameraning o'qi atrofida 1 minutda 0,2-2 marotaba aylanadi. Bu xolatda elementar yacheykaning o'lchamlari va shaklini aniq topish imkoniyati paydo bo'ladi;

Kukun usuli - fotoplenkali stilindrik kasetaga maxsus egri chiziqlar holida qayd etiladi. Ionizastion rentgenogramma holida olinishi ham mumkin. Bu xolda fotoplenka rolini difraktometrda schetchik teshigi bajaradi. Difrakstion shakl sekin – asta, schetchik aylanishida paydo bo'luvchi va ketma-ket keluvchi chiziqlar xolida olinadi.

Rentgenodefektoskopiya - gazli g'ovaklik, darz ketish kabi holatlar qayd etiladi.

Tibbiyotda qo'llaniladigan asosiy usullar qatoriga quyidagilar kiradi: **1. Rentgenoskopiya** - bemor ekran bilan rentgen trubkasi oralig'ida turadi. Natija zichlangan joyni qoraytirish holatida qayd qilish bilan tugaydi; **2. Rentgenografiya** - tekshirilayotgan a'zoning

soyasi rentgen plenkasida tasvirlanishiga asoslangan; **3. Flyurografiya** - a'zo tasviri maxsus apparat bilan suratga olinadi, bunda plenka avtomatik holatda suriladi;

Fotousul ishlari uchun mo'ljallangan struktura tahlili apparatlari. Ularga birinchi navbatda URS-60 va URS-55 apparatlari kiradi.

Rentgen difraktometrlari: DRON-1, DRON-1,5, DRON-2, DRON-4, DRON-UM1-0,1 va xokazo. Rentgen difraktometri umumiy vazifalarni bajarishga mo'ljallangan bo'lib, u ionizastion shaklni elektron xisoblash mashinalariga ulangan perfolentaga ham tushurishi mumkin. Bunday apparatlar yuqori unumdorlikka ega. Rentgen trubkasidagi maksimal kuchlanish 50 kV, maksimal tok esa 60 mA.

Difraktometrlar asosiy qismlari - rentgen trubkasi, to'g'rilovchi lampa - kenotron, cho'g'lanish reostati, yuqori voltli transformator, cho'g'lanish transformatori, boshqaruv pulti va uning zinapoyali avtotransformatori va boshqalar. Quyida ularning tuzilishiga oid ma'lumotlar beriladi.

Rentgen trubkalari BSV-2, BSV-4, BSV-6 va boshqalar - rentgen nurlari manbai bo'lib, u tez uchuvchan elektronlarning yo'lida joylashgan anod bilan to'qnashuvi natijasida yuzaga keladi.

Katod yarim stilindr ichida vintli chiziq ko'rinishida, ba'zan spiral ko'rinishida fokuslovchi chashka ichiga joylashgan.

Anod - yaxlit stilindr ko'rinishida (ko'pincha misdan), yuqori issiqlik o'tkazuvchan materiallardan tayyorlanadi. Anodning tashqi yon devoriga elekt-ronlarni tormozlovchi plastinka antikatod presslanadi. Struktura tahlili uchun trubkadagi anod yoni 90°burchakda anod o'qiga nisbatan kesilgan. Ko'proq tarqalgan anodli trubka - antikatodlar xrom, temir, vanadiy kobalt, nikel, mis, molibden, volfram, kumush va marganestlardan tayyorlangan bo'ladi.

Kenotron (K) - to'g'rilovchi sifatida xizmat qiladi va kuchlanish o'zgarishida rentgen trubkani o'chirib qo'yadi. Kenotron ion trubkalari bilan ishlashda qo'l kelishi mumkin. Chunki hamma elektron trubkalarning o'zi to'g'rilovchi rolini o'ynaydi, biroq qiyin sharoitlarda rentgen trubkaga bir yo'nalish bo'yicha faqat bitta tok o'tkaziladi.

Cho'g'lash reostatlari (R_{HK} , R_{HP}) - kenotron va trubka katodi tok kuchini boshqarish uchun xizmat qiladi. Shahar tarmog'idagi katta bo'lmagan tebranish cho'g'lash tokini tebranishiga olib keladi va

trubkadagi anod tokini kuchli ravishda o'zgartiradi. Cho'g'lash tokini stabilashtirish uchun stabilizator ishlatiladi.

Yuqori voltli transformator (RR-55) - yuqori kuchlanish olish uchun xizmat qiladi. Birinchi obmotka AA avtotransformatordan yoki quvvatni tekis o'zgartiruvchan quvvat variatoridan oziqlanadi.

Diffraktogramma – rentgen nurini qaytarish burchagi qiymati va ularning intensivligini to'g'ridan-to'g'ri beradi. Kukun rentgenogrammalarida nur qaytarishga bog'liq bo'lgan, nur qaytarish burchagi ko'rsatgichidan yuzalar aro masofa ko'rsatgichiga o'tishda, yuzalararo masofa turli to'lqin uzunliklari bo'yicha xisoblangan va spravochniklarga yig'ilgan nurlanishni jadvallaridan foydalanish orqali bo'ladi.

III BOB. TERMOGRAFIYA TAHLIL USULLARI.

Termografiya - noorganik moddalar, silikat va qiyin eriydigan nometall materiallarni qizdirish jarayonida sodir bo'ladigan jarayonlarni o'rgatadi. Ular odatda issiqlik effektlari bilan bog'liq.

Termografiya usulining turlari - Termik analiz (TA); Differensial termik analiz (DTA); Kompleks termik analiz; Derivatografiya (DTG);. Tenzimetriya; Gazovolyumetriya; Dilatometriya.

Termografik egri chiziqlar - birinchi marta qizdirish egriliklari fransuz olimi Le-Shatele tomonidan 1887 yilda olingan, u temperaturani platina - platina-rodilyli termoparlarda o'lchash orqali termografik egri chiziqlarni hosil qilish mumkinligini ko'rsatdi. Agar tekshirilayotgan modda qizdirilganda birorta fazoviy o'zgarish yoki kimyoviy reaktsiya sodir bo'lsa, qizdirish rejimi buziladi. Uning buzilishi qizdirish egriklarida yoki maydonda paydo bo'lish birga boradi.

Termografiya deganda tekshirilayotgan moddaning ixtiyoriy nuqtasidagi xaroratni (yoki xaroratdagi biror funktsiyani) aniq programma bo'yicha moddani uzluksiz ravishda qizdirilganda yoki sovitilgandagi xolatini qayd etish tushuniladi.

Qaytar jarayonlar - erish-kristallanish, qaynash-kondensatsiya, polimorf o'zgarishlar, murakkab birikmalarning xosil bo'lishi va parchalanishi, dissotsiatsiya.

Qaytmas jarayonlar - kam barqaror xolatdan yuqori barqaror xolatga o'tish reaktsiyalari, qattiq eritmalarning parchalanishi, amorf

xolatdan kristall xolatga o'tish, o'zaro ta'sir reakstiyalari, monotrop o'zgarish va boshqalar.

Sistemada issiqlik o'zgarishi - hamma jarayonlar issiqlikni yutilishi yoki ajralishi bilan boradi, buni xaroratni o'lchash yo'li bilan o'rganish mumkin. Jarayonni borishini o'lchovchi priborlar yordamida qayd etiladi. Tajriba natijalarini egri chiziqlar orqali ifodalash mumkin, bunda vaqt va xaroratni bog'liqligi ifodalanadi. Agar tekshirilayotgan moddada birorta fazoviy o'zgarish yoki kimyoviy reakstiya sodir bo'lsa, qizdirish rejimi buziladi. Uning buzilishi qizdirish egriklarida yoki maydonda paydo bo'lish birga boradi.

Termik tahlil - sistemaning birorta ko'rsatgichining kattaligi mavjud fazalarni asta-sekin miqdoriy nisbatda o'zgarishida biror fazaning yo'qolib ketishi yoki yangi fazaning sakrab o'zgarishida paydo bo'ladi. Bu egriligini termik usuli orqali olinadi. Bunda koordinata o'qlarida modda temperaturasi va unga javoban temperatura va obstissa o'qlarida vaqt qayd etiladi. Termik analiz (TA) → entalpiya → kalorimetrlar; differensial termik analiz (DTA) → namuna va etalon o'rtasidagi temperaturalar farqi → DTA apparatlari; termogravimetrik analiz → massa → termotorozlar; differensial yo'naluvchan kalorimetrik analiz → namunaga o'tkazilgan issiqlik → differensial kalorimetr; solishtirma issiqlik sig'imi o'zgarishi analizi va boshqalar.

Differensial termik tahlil (DTA) - ko'pgina xollarda reakstiyalarning termik effekti juda kichik, shuning uchun unga mos egriliklar kam sezilarli. Bunday xollarda termoparaning sezuvchanligini differensial sxema qo'llash bilan kattalashtiriladi. Differensial termopara bir vaqtning o'zida ikkita temperaturani o'lchaydi: 1) tekshirilayotgan moddaning temperaturasi; 2) temperatura farqi yoki qizdirilayotgan moddaning tekshirilayotgan temperatura intervalida etalon moddaga nisbatan o'zgarishi.

Fizik termoeffekt beruvchilarga kiradi: absorbstiya, adsorbstiya, poli-morf o'zgarish, kristallar yiriklanishi, desorbstiya, erish, amorf holatidan kristall holatiga o'tish, sublimastiya va bo'g'lanish.

Kimyoviy termoeffekt beruvchi jarayonlar safiga ximosorbstiya, bo'linishi reakstiyalari, degidratastiya, gazli muhitda oksidlanish, molekulalar kamayishi bilan roy beradigan oksidlanish reakstiyalari, oksidlanish – qaytarilish reakstiyalari, gazli muxitda qaytarilish, qattiq fazada roy beruvchan reakstiyalar, biriktirish va o'rinolmoshish reakstiyalari, izomerizastiya va boshqalar kiradi.

Kompleks termik analiz - usul G.N. Voronkov (1953 y.) va E.K. Keler (1955 y.) tomonidan keramik xom-ashyolarni tekshirish uchun ishlab chiqilgan. Unda Keler boyicha quyidagilar bor: 1)odatdagi DTA; 2) qizdirish jarayonida materialni uzayishi yoki qisqarishini aniqlash; 3)qizdirishda material og'irligini yo'qolishini aniqlash.

Derivatograf - chet elda chiqariladigan, MDH mamlakatlarida qo'llaniladigan jixozga derivatograf nomi bilan ataluvchi va Budapeshtning "Metrimpeks" firmasining 1966 yilda Paulik F. va boshqalar tomonidan chiqargan modeli jixoz bo'lib, uning markasi OD-102 dir. Derivatograf tekshirilayotgan kukunda bir vaqtning o'zida og'irlikni o'zgarishi (TG), og'irlikni o'zgarish tezligi (DTG), temperaturalar farqini o'zgarishi (DTA) va temperaturani o'zgarishi (T) ni aniqlashga imkon beradi. Kompleks termoanalitik jixoz differensial termoanalitik apparatlar, termotarozi va differensial termotarozidan iborat.

Tenzimetriya. Mineralni qizdirish jarayonida tarkibda bor bo'lgan uchuvchan komponentlarining qayishqoqligini qayd etishga asoslangan.Tenzometriya priborlari Xyutting (1920 y.), Krauss va Shriver (1930 y.), Siromyatnikov (1940 va 1957 y.) tomonidan yaratilgan. Bu priborlar gazni qizdirish jarayonida uning bosimi (R), xajmi (V) ni o'zga-rishini o'lchash imkoniyatini beradi.

Gazovolyumetriya - aniq temperaturada minerallardan H_2O , CO_2 va boshqa gazsimon fazalarni ajralishiga asoslangan. Gazovolyumetriya temperaturalari va ajralib chiqqan gaz hajmini bilish orqali aralashmadagi mineralni dastlabgi miqdorini aytib berish mumkin. Shuning uchun bu usulda ko'proq 50-200 mg, tenzometriya usuli boyicha esa 1-2 mg miqdorida modda olinadi.

Dilatometriya - jismning kengayishini o'lchaydigan usul. Bunday usulda tekshirishni dilatometr priborida amalga oshiriladi. Dilatometriya termik analizning bir turi bo'lib, bunda qattiq holatdagi kimyoviy modda, mineral, shisha, xom ashyo yoki sanoat chiqindisining yuqori temperatura ta'sirida kengayishi aniqlangan. Bunday kengayish chiziqli kengayish koeffistienti (α) va hajmiy kengayish koeffistienti (β) nomli parametrlar bilan xarakterlanadi.

IV BOB. SPEKTRAL TAHLIL USULLARI.

Spektral analiz – Moddalarning kimyoviy tarkibini ularning optikaviy spektri bo'yicha aniqlash spektral analiz deb ataladi. Bu

analiz yuqori temperatura ta'sirida qo'zg'atilgan atomlarning o'zidan nur chiqarish intensivligini o'lchashga asoslangan.

Emission spektral tahlil — bu usul nurlanuvchi moddalardan chiqayotgan nurlarning spektrini o'rganishga asoslangan. Atom emission spektral analizda tekshirilayotgan modda gaz holatiga o'tkaziladi.

Adsorbstion spektral tahlil - spektrlarning moddaga yutilnshini o'rganishga asoslangan.

Kombinastion spektral tahlil - moddalar tarkibini kombinastion spektral tahlil qilish simob lampasi bilan yoritilgan moddadan o'tgan yorug'lik nurini o'rganishga asoslangan.

Oddiy kuzatish - moddalarni spektri spektrning ko'rinadigan to'liq sohasida kuzatiladi va yozib olinadi.

Fotografiya - moddalarni spektri spektrning ko'rinadigan, ultrabnafsha va unga yaqin to'liq uzunliklaridagi sohalarida kuzatiladi va yozib olinadi.

Fotografiya yoki termoelektriya - spektrning infraqizil nurlar to'liq uzunligi sohasida kuzatiladi va yozib olinadi.

Spektral sifat analiz - moddalarni spektrlar yordamida sifat analiz qilishda tekshirilayotgan modda bergan spektr chiziqlari bilan solishtirib ko'riladi.

Miqdoriy spektral analizi - tegishli spektr chiziqlarining intensivligini mikrofotometrlar yordamida baxolashga asoslangan.

Alangali fotometriya - eritmalaridagi natriy, kalstiy, litiy, kaliy, stronsiy, rubidiy, seziy, bariy, xrom, marganest va magniy elementlarni sifat va mikdoriy analiz qilishda qo'llaniladi. Bunda tekshirilayotgan eritma spektrofometrغا maxsus gorelka yordamida purkaladi. Eritma gorelka alangasiga purkalganda aniqlanayotgan elementga issiq ta'sir etishi natijasida shu element uchun xarakterli bo'lgan spektr hosil bo'ladi. Bunda tekshirilayotgan elementlarning alanga ta'sirida qo'zg'algan atomlari ma'lum to'liq uzunligiga ega bo'lgan nur chiqaradi.

Plank-Eynshteyn tenglamasi - chiqayotgan yorug'lik nurining chastotasi bilan atom yoki molekulaning ma'lum holatdagi energiyasi orasidagi borliqlik Plank-Eynshteyn tenglamasi bilan ifodalanadi.

Atom-absorbsion spektrometriya (AAS) usuli – gazlar atomlari bilan ultrabinafsha yoki yo'rog'lik nurlarni yutilish hodisasini o'rganishga asoslangan.

Atom-absorbsion spektroskopiya imkoniyatlari— atomlarning yutilish spektrlari asosida 70dan ko'p elementlarni miqdoriy tahlilini bajarishga imkon beradigan zamonaviy spektral tahlil usuli. Bu tahlil usuli kimyo, metallurgiya, geologiya, ekologiya sohalarida og'ir va engil metallarni suyuq probalarda aniqlash uchun keng qo'llaniladi.

Atom-absorbsion spektrometriya usuli - alangada neytral qo'zg'atilmagan atomlar (bunday atomlar qo'zg'atilgan atomlar sonidan ancha ko'p bo'ladi) tomonidan yutilgan energiyani o'lchashga asoslangan. Bu esa AAS usulining qiyin qo'zg'atiladigan (qo'zg'atish energiyasi yuqori bo'lgan) elementlar tahlilida yuqori sezuvchanligini ta'minlaydi.

AAS spektrometri - turli lampalar to'plami bilan jihozlanadi, har bir lampa ma'lum bir elementni aniqlash uchun qo'llaniladi.

Birinchi atom-absorbsion spektrometr - 1955 yilda fizik Alan Uolsh tomonidan amaliy jihatdan oson bo'lgan atom absorbsiyasini o'lchash usuli taklif etilgan. 1962 yilda Alan Uolsh tomonidan yaratilgan firma Techron birinchi atom-absorbsion spektrometr **AA-2** ishlab chiqaradi. Birinchi spektrometrlarda atomizator sifatida alanga, zamonaviy spektrometrlarda esa – grafitli pech xizmat qiladi.

Buger-Lambert-Beer qonuni - AAS usulining asosiy qonuni elementni tabiati va konsentrasiyasini, usulda aniqlanayotgan optik zichlik bilan bog'lanishini ko'rsatadi.

Atom-absorsion spektrometrometriya tahlili - gaz holatida atomlar tomonidan ultrabinafsha yoki ko'zga ko'rinadigan nurlanishni tanlab yutilishiga asoslangan.

Atom-absorsion spektrometrometrda atomizator - namunani gazsimon atom holatiga o'tkazish uchun ikki xil atomizatsiya moslamalari ishlatiladi: alangali va elektrotermik.

Atom-absorsion spektrometrometrda nurlanish manbai - odatda aniqlanadigan metallardan yasalgan ichi bo'sh katodli lampa ishlatiladi.

Atom-absorsion spektrometr - zamonaviy, yuqori unumdorlik va aniqlikda ishlaydigan asbob bo'lib, namunadagi 70 ta elementni massaning 10^{-4} - 10^{-9} % oralig'ida sezgirlik bilan tahlil qilishga imkon beradi. Ushbu turdagi tahlilning kamchiliklari - yonuvchan gazlardan foydalanish zarurati, namunadagi bir nechta elementlarni bir vaqtning o'zida aniqlash mumkin emasligi.

Atom-absorsion spektrometrning asosiy elementlari: yorug'lik manbai - analitik xarakterli tor spektral chiziq chiqarishuvchi lampa; atomizator - berilgan moddani atom bug'iga aylantirish uchun; spektral qurilma - analitik assimilyatsiya signalini aniqlash, kuchaytirish va qayta ishlash uchun zarur bo'lgan moddaning xarakterli analitik chizig'ini va elektron tizimni ajratish uchun qurilma.

Alangali atomizator - issiqlik manbai sifatida alanga (yoqilg'i gazi, atsetilen - havo, atsetilen - azot oksidi aralashmasi) qo'llaniladi, atomlanadigan eritma purkagichlar yordamida alangaga kiritiladi.

Havo-asetilen alangali atomizator - ishqoriy va ishqorli er metallarini, shuningdek Cr, Fe, Co, Ni, Mg, Mo, Sr va nodir metallarni aniqlash uchun ishlatiladi.

Elektrotermik atomizatsiya usuli - Boris Lvov tomonidan 1959 yilda taklif etilgan: birinchi olovsiz atomizator - grafit kyuvetani yaratgan va 1961 yilda uning analitik imkoniyatlari to'g'risida ma'lumotlarni e'lon qilgan. Bu usulda atomizator sifatida katta quvvatli elektr toki bilan isitiladigan grafitli pech qo'llanilgan.

Infraqizil nurlanish - bu 0,76 dan 1000 mk gacha to'lqin uzunligidagi (yoki to'lqin sonlari $13160-10 \text{ sm}^{-1}$) elektromagnit nurlanish bo'lib - yorug'lik spektrlari (0,40 - 0,76 mk) va radioto'lqinlar [$\lambda > 1 \text{ sm}^{-1}$ (1000mk)] oralig'idagi nurlanishdir. Hozirgi vaqtda silikatlarni o'rganishda ko'pincha IQ nurlanishning 2 dan 25-40 mk gacha bo'lgan oblastlari qo'llaniladi.

Normal IQ nur oqimi silliqlangan, yassi modda yuzasiga tushganda: a) **undan qaytadi; b) modda zarrachalarida yutiladi va yoyiladi; v) nur o'tkazadi.**

Infraqizil spektroskopik tahlilning qo'llanilishi - a) kimyoviy birikmalar; b) minerallar; v) tuproqlar; g) qurilish materiallari; d) silikat xom-ash'yolar va b. moddalardagi molekula va koordinatsion guruhlar struktura tahlili.

Infraqizil spektroskopik tahlilning imkoniyatlari - 1) Birikma, mineralni diagnostika qilish uchun (soni, parchalanishi va polosalarining holati bo'yicha); 2) Yarim miqdoriy kimyoviy tarkibni aniqlash uchun; 3) Kristall yoki amorf moddalarning kristallanish darajasini aniqlash uchun. 4) Moddadagi murakkab gruppalarning tahlili. 5) Moddalarning qizdirish va boshqa turli reakstiyalarda o'zgarish jarayonini (yangi modda paydo bo'lishi, fazalar aralashmasi, oraliq mahsulotlar, dissostiatsiya va boshqalar) o'rganish uchun. 7)

Mineral strukturasidagi suvning yoki namlikning shakli va turini aniqlash uchun. 8) Strukturaning tartiblilik va tartibsizlilik (tartibsizlik holatida polosalar cho'zilgan va intensivligi pasaygan bo'ladi)ni aniqlash uchun. 9) Fazalar yoki qo'shimchalarning miqdorini aniqlash (juda ham aniq emas) uchun. 10) Polimorf o'zgarishlarni va nuqtalarni hamda Kyuri nuqtalarini (segnetoelektrik- BaTiO_3) aniqlash uchun. 11) Kristall faza yoki shishani (masalan, optik shishalar) bir tarkiblilikini nazorat etish uchun.

Spektrometr yoki spektrofotometr – IQ spektroskopiya usulida qo'llanadigan jixozlar yordamida nur chiqish intensivligi o'lchanadi va ular detektorli qurilmaga fokusirovka qilinadi.

IQS-12 (bir kanalli, bir nurli), IQS-14 va IQS-21 (ikki kanalli) IQ spektrofotometrlar - IQ nurlarini o'tkazish, nur qaytarilishi va nur yutishi spektrlari $0,76 \div 25$ mk to'lqinlari oralig'ida maxsus IQ spektrofotometrlarda olinadi.

Tekshirish diapazoni - mavjud jihozlarning hammasi ma'lum tekshirish diapazoniga, ko'pin-cha 1-2 mk ($10000\text{-}5000\text{ sm}^{-1}$) dan 25-40 mk ($400\text{-}250\text{ sm}^{-1}$) gacha va 50 mk dan 300 mk va undan kattaroq (200 sm^{-1} undan kichik)larda ishlashga moslashtirilgan.

Fur'e-aylantiruvchi spektrometrlar - asosiy element interferometr hisoblanadi. Nurlanish manbasidan keladigan nurlar oqimi ikkita nurga bo'linadi va namunadan o'tib, interferensiyaga uchraydi, hosil bo'lgan garmonik komponentlar yeg'indisi Fur'e aylantiruvchisi yordamida spektr hosil qiladi.

Fur'e spektrometrining afzalliklari - yuqori signal:shovqin nisbati, tarqaluvchi elementni o'zgartirmasdan keng to'lqin uzunligida ishlash qobiliyati, tezkor (2-5 sek davomida olinadi) spektrni qayd etish, yuqori aniqlikdagi ($0,001\text{ sm}^{-1}$ gacha) tahlil imkoniyatlari.

Fur'e -aylantiruvchi spektrometrlar yordamida birinchi spektrlar Rubens va Vud tomonidan 1910 yilda olingan: yulduzlarni spektrlari va uzoq masofali kuchsiz signallar o'rganilgan.

IRAffinity-1S fur'e spektrometri - suyuqliklar, gazlar va qattiq namunalarni sifatli va miqdoriy tahlil qilish uchun keng ko'lamli vazifalarni bajaradigan ishonchli, ixcham va foydalanish uchun qulay IQ spektrometr.

“LabSolutionsIR” dasturi - IRAffinity-1S fur'e spektrometrini sozlash, ma'lumotlarni qayta ishlash va yig'ish, miqdor tahlili, spektrlarni shakllanishi, birikmalarning idensifikatsiya imkoniyatlari

yoki spektrlarning standart bibliotekasi va turli sistemalarning spektral fayllarini topish uchun foydalaniladi.

IQ spektroskopiya uchun namuna probasini tayorlash - gaz va bug'lar mahsus gaz kyuvetalarda o'rganiladi; **suyuq namunalar** yoki eritma holatida yoki toza xolatda mahsus suyuqlik kyuvetalarda; **qattiq namunalar** – KBr bilan tabletka presslash; vazelin moyi yoki boshqa emmision muhitda suspenziyalar tayyorlash yo'li bilan tayyorlanadi.

Ultra-binafsha nurlar (UV) – tegishli optik diapazondagi elektromagnit to'lqinlar: **UV C** – to'lqin uzunligi 200-280 nm bolgan qisqa to'lqinlar; **UV B** – to'lqin uzunligi 280-320 nm o'rta tolqinlar; **UV A** – 320-400 nmli uzunlikdagi uzun to'lqinlar. UV-spektrometrlarda boshqa spektrometrlardan ularoq shisha optik detallar kvarsdan yasalgan bo'ladi (UV to'lqinlarni yutmaydigan shisha). Kopincha UV-spektrometrlar yordamida materiallarning flyuorescentiyasi ham aniqlanadi.

UV-A turdagi UB nurlar (290-400 nm) - polimerlar degradatsiyasiga sabab bo'ladi.

Ultrabinafsha nurlarining molekulalarga ta'siri - molekuladagi bog'langan va bog'lanmagan elektronlar (n-elektronlar) energiyasi ortadi, elektronlar past energetik (bog'langan, HOMO) holatdan band etilmagan yuqori energetik molekulyar orbitallarga (LUMO) qo'zg'atilishi mumkin.

Fluoressensiya – UB nurlar ta'sirida yuqori energetik orbitalga siljigan elektronlar, o'z holatiga qaytish vaqtida qisqa muddatli nur chiqarish hodisasi (**qisqa muddatli nurlanish, 10^{-9} sek**).

Fosforessensiya - UB nurlar ta'sirida yuqori energetik orbitalga siljigan elektronlar, o'z holatiga qaytish vaqtida uzoq muddatli nur chiqarish hodisasi (**uzoq muddatli nurlanish, 10^{-1} sek**).

Fotofluorestsensiya - 365 nm tolqin uzunluguda ultrabinafsha nurlar ta'sirida namuna yoki uning ba'zi komponentlari (aralashma, minerallar, kukunlar) xarakterli yorug'lik nurlarini o'zidan chiqaradi va porlay boshlaydi. Bu porlashning rangi va uning intensivligi sifat va miqdoriy tahlilni amalga oshirishga imkon beradi.

Luminescent tahlil - ultrabinafsha nurlanish ta'sirida asosan qattiq va suyuq namunalarning fluoressensiya va fosforessensiya hodisasini o'rganishga asoslangan usul.

Qizil lyuminofor – UB nurlar ta'sirida qizil diapazonda (620-655 nm) nur chiqaradigan modda (Eu(III) ionlari).

Ko'k (havorang) lyuminofor – UB nurlar ta'sirida ko'k (havorang) diapazonda (430-450 nm) nur chiqaradigan modda (Eu(II) ionlari).

Ultrabinafsha (UV) spektroskopiya - ultrabinafsha nurlar ta'sirida moddani emissiya (o'tkazish), yutish va qaytarish spektrlarini olish, o'rganish va qo'llashni o'z ichiga olgan optik spektroskopiya usuli.

UV-VIS spektrofotometr – Ultrabinafsha va yo'rug'lik nurlari asosida tahlil olib boriladigan spektroskopiya ishlatiladigan apparat.

Monoxromator (prizma yoki diffraksion panjara) – kerakli to'lqin uzunlikdagi nurlarni ajratish uskunasini.

Prizma - materiali har hil spektr hosil qilish uchun turlicha boladi: Vakuum Ultra Binafsha nur hosil qilish uchun CaF_2 yoki LiF; yaqin va o'rta Ultra Binafsha nurlar uchun kvars va korinadigan maydon uchun shisha qo'llaniladi.

Detektor – signalni qabul qiluvchi uskuna, asosan vacuum fotoelementlari va fotoelektron kuchlantiruvchilar, qattiq fotoelementlar va plastinkalar shaklida qo'llaniladi.

Fotometr - monoxromatik nurni 2ta bir hil nurlar to'plamiga bo'lib beradi, to'plamlarning biri- organilayotgan moddaning eritmasi joylashtirilgan kyuvetaga, ikkinchisi esa – solishtirish kyuvetasiga (odatda toza eritgich) yonaltiriladi.

Kyuveta - kvarsdan tayyorlanadi.

UV-spektrlar qo'zg'atish uchun yorug'lik manbasi - alanga, tok dugasi, razryad, chaqmoq, deyteriy (100-400 nm), ksenon (160-2000 nm) va b. gaz-razryad lampalar; 3000 K gachan qizdirilgan qattiq jismlar (volfram lampalari – 300-2500 nm); UB-oblastda nurlanadigan lazerlar.

V BOB. MAGNIT TAXLIL USULLARI.

Magnit usullar - Moddalarning magnit momentini o'lchash uchun foydalaniladi. Namuna magnit maydonga joylashtiriladi va uning hos-salari o'rganiladi: Magnit maydoni bilan ta'sirlanishi moddalarning spini va elektron tuzilishiga, ligandlarning tabiatiga bog'liq bo'ladi.

Moddalarning magnit hossalari - birikmalarning tasqi magnit maydoniga reaksiyasi va moddalarning ishki strukturasi tartibi ularni magnit xususiyatlarini belgilaydi.

Moddalarning magnit hossalari bo'yicha klassifikatsiyasi (4 aso-siy guruh): Paramagnetiklar; Diamagnetiklar; Ferromagnetiklar; Anti-ferromagnetiuklar .

Diamagnetiklar – bu magnit momenti $\mu < 1$, hamma elektronlar juftlashgan va magnit maydondan itariladigan moddalar. Magnit sezuvchalik hossasi χ – kichik va manfiy. Bular: shisha $\mu = 0,999987$, oltin $\mu = 0,999961$, inert gazlar, vodorod, fosfor, ruh, azot, kremniy, vismut, mis, kumush va boshqa yuqori o'tkazuvchanlikga ega bo'lgan va kovalent bog'li birikmalar kiradi.

Paramagnetiklar - magnit momenti $\mu > 1$, Juftlashmagan elektronlar mavjud, Magnit maydoniga tortiladi. Magnit sezuvchalik hossasi χ – kichik va musbat. Kuchsiz magnitlar. Bu birikmalarning ham magnit korsatgichlari (ta'sirlanishi) magnit maydonning kuchlanishi bilan bogliq emas va musbat ko'rsatgichga ega. Paramagnetiklar: marganes, temir, havo $\mu = 1,00000038$, platina $\mu = 1,00025$, alyuminiy $\mu = 1,000023$, kislorod.

Ferromagnetiklar - magnit momenti $\mu \gg 1$. Magnit sezuvchalik hossasi χ – katta va musbat. Kuchli magnitlar. Ferromagnetiklarning magnit ta'sirlanish korsatgichi diamagnetik va paramagnetiklardan farqli harorat va maydon kuchlanishi bilan bog'liq bo'ladi. Ferromagnetiklar: nikel, $\mu = 175$ ga ega kobalt kristallari, $\mu = 8000$ ga ega bo'lgan transformator polatlari misol bo'lishi mumkin.

Antiferromagnetiklar va ferrimagnetiklar - Qizdirish vaqtida moddalarda faza silgishi natijasida paramagnit xususiyatlari paydo bo'ladigan birikmalar. Ushbu ma'lum haroratdan pastroq haroratda modda bu xususiyatlarni namoyish qilmaydi. Bu birikmalar: marganes, xrom.

Ferrimagnetiklar - kompensasiya etilmagan antiferromagnetizmga ega bo'lgan moddalar ataladi. Ferrimagnetiklarni magnit ta'sirlanish korsatgichlari harorat va maydon kuchlanishi bilan bog'liq bo'ladi. Bu moddalarga oksidlar misol bo'la oladi.

Yadro magnit rezonans (NMR) – moddaga tushayotgan nurni yadroning impulsi bilan birlashtirib, yadroni rezonansga kiritish va undan chiqayitgan energiyani o'lchashdan usuli.

Yadro magnit rezonans (NMR) ta'siri: yadro atrofida elektronlar joylashishi o'zgaradi va kimyoviy siljish namoyon bo'ladi (faqat yadroning umumiy spini 0 teng bo'lmasa namoyon bo'ladi).

Yadro magnit rezonansi (NMR – nuclear magnet resonance) – tashqi doimiy magnit maydonda modda tomonidan elektromagnit energiyani rezonansli yutish yoki tarqatish (emissiya) hodisasi (YMR)

hodisasi faqat yadrosining magnit momenti nol bo'lmagan moddalarda kuzatiladi).

Yadrosining magnit momenti (spini) nol bo'lmagan yadrolar - ^1H , ^2H , ^{13}C , ^{14}N , ^{15}N , ^{19}F , ^{29}Si , ^{31}P va b. elementlar.

Yadro magnit-rezonansi ochilishi: 1938 yilda Isidor Rabi tomonidan molekulalarni o'rganish davomida kashf etilgan, 1946 yilda Feliks Bloch va Edvard Mills Parcell suyuqlik va qattiq moddalarda yadro magnit rezonans hodisasini o'rganilgan.

NMR usullari imkoniyatlari: moddalarning kimyoviy tuzilishini, molekulalarning konformasiyasi, o'zaro ta'sirni o'rganish va molekulalar ichidagi o'zgarishlarni aniqlash uchun faydalniladi.

Yadro spini - moddadagi yadroni harakatlanish momenti (burchak momenti), bu tushuncha optik spektrometrlar yordamida moddalarning o'ta-nozik strukturasini o'rganish natijasida 1924 yilda Pauli tomonidan taklif etilgan.

Yadroning mexanik burchak momenti - spin.

Spin yadro turiga qarab 0, 1/2, 1, 1/3 qiymatlarida bo'lishi mumkin. Bu qiymat yadro spin raqamiga (I) bog'liq. Spin raqami (I) massa va atom raqamlari bilan bog'liq.

Elektron paramagnit rezonans (EPR, ESR)– bu molekulyar orbitasida juftlashmagan elektroni mavjud bo'lgan radikallar va o'zgaruvchan valentlikdagi metallar komplekslarini aniqlash va identifikatsiya qilish asosiy usullaridan biri, 1944 yilda rus olimi Evgeniy Zavoyskiy tomonidan kash etilgan.

EPR usulining fizikaviy asosi – magnit maydonga joylashtirilgan juftlashmagan el-ektronlar elektromagnit nurlanishni rezonans holatda yutadi. Bu atomdagi elektronning joylash-ishi va harakatiga bog'liq.

Atomda elektron 2 turdagi harakati: 1) Orbital (l) – atom yadrosi atrofida; 2) Spin (s) – o'z oqi atrofida. Har bir harakat turi ikki hil moment bilan ifodalanadi: Mexanik moment (P) – material zarrachani harakatini ko'rsatadi; Magnit (μ) – qutblangan zarachani harakatini belgilaydi.

Magnit maydoni bilan modda ta'siri - modda yadrosida ikki turdagi holat kuzatilishi va o'rganilishi mumkin : Dipol ta'sirlashuvi – bu holda o'rganilayotgan va qoshni yadrolar o'rtasida muloqot (masalan qo'shni dipolar o'rtasida); Kimyoviy siljish – bu holda yadro atrofidagi elektronlar magnit maydoni ta'sirida harakatlanadi, demak kimyoviy harakatlar namoyon bo'ladi.

Mass-Bauer spektroskopiyasi – qo'llanilish sohasi tor hisoblanadigan, lekin ba'zi holatlarda (ayniqsa temir tutgan moddalarni o'rganishda) juda yaxshi natijalar beradigan rezonans usullaridan biri.

Mass-Bauer spektroskopiyasi - γ -nurlarni qattiq holatda bog'langan yadrolarning tarqatishsiz rezonansli yutililish hodisasiga asoslangan (modda qattiq holda bo'lmasa kerakli bo'lgan rezonans kuzatilmaydi) usul. γ -nurlar manbasining chastotasi namunaning yutilish chastotasiga teng (yaqin) bo'lishi kerak.

Yadro Gamma-rezonans usuli (Mass-Bauer spektroskopiya usuli) - 1958 yil Germaniyalik olim Rudolf Mössbauer tomonidan ilk bora aniqlangan.

Mass-Bauer spektroskopiya usuli yordamida silikat materiallar sohasida ikkita elementni o'rganish mumkin: Sn (qalay) va Fe (temir). Ushbu usul moddalardagi o'zaro bog'liqlik va koordinatsion tuzilish, hamda valentlik (oksidlanish) holati haqida batafsil ma'lumot beradi.

ADABIYOTLAR ROYHATI

1. Carter C.Barry, Norton M.Grant. Ceramic materials. Science and Engineering. Springer International Publishing AG. 2007. -716 p. ISBN: 0387462708.
2. William D.Callister, Jr., David G.Rethwisch. Fundamentals of Material Science and Engineering. An Introduction. Eight Edition. USA, Wiley, 2012.- 1000 p.
3. Исматов А.А. Силикат ва қийин эрийдиган нометалл материаллар физик-кимёвий таҳлилнинг замонавий усуллари. Ўқув қўлланма. Тошкент: Фан ва технология, 2006. -272 бет.
4. Горшков В.С., Тимашев В.В., Савельев В.Г. Методы физико-химического анализа вяжущих веществ. Учебное пособие. Москва: Высшая школа, 1981.- 281 с.
5. Булах А. Общая минералогия. Санкт-Петербург: Университет, 2002.- 356 с.
6. Вегман Е.Ф., Руфанов Ю.Г., Федорченко И.Н. Кристаллография, минералогия, петрография и рентгенография. – М.: Металлургия, 1990.– 262 с.
7. Минералогический справочник технолога – обогатителя. –Л.: Недра, 1985.-264с.
8. Зинюк Р.Ю., Балыков А.Г., Гавриленко И.В. ИК спектроскопия в неорганической технологии. –Л.: Химия, 1983.
9. Егунов В.П. Введение в термический анализ.- Самара, Самара ГУ, 1996. -270 с.
10. Васильев Е.К., Нахмансон М.М. Качественный рентгенофазовый анализ. Новосибирск: Наука, 1986.
11. Кузяков Ю.Я., Семененко К.А., Зоров Н.Б., Методы спектрального анализа, М., 1990.
12. Anthony R.West. Solid State Chemistry and its Applications. Wiley and Sons, 2nd Edition, England. 2014. -584 p. ISBN-13:978-119942948.
13. Dudley H.Williams, Ian Fleming. Spectroscopic methods in organic chemistry. Fifth ed. England. -329 p. ISBN 0-07-709147-7.
14. Терек Т. Эмиссионный спектральный анализ. В 2-х частях. Перевод с англ. Учебное пособие. М.: Мир, 1982. – 286 с. (1 часть), 464 с. (2 часть).

15. Смирнова Г.И. Оптические методы анализа. Пламенная фотометрия, люминесцентный анализ. Методические указания. Учебное пособие. -Владимир, 1980.
16. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ. Индицирование рентгенограмм. Справочное руководство. –М.: Наука, 1981.- 496 с.
17. Pecharsky V.K., Zavalij P.Y. Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials Springer. 2005. 713 p.
18. Hahn Th. (ed.) International tables for crystallography. Vol. A. Space-group symmetry 5th rev. ed. – Springer, 2005. – 911 p.
19. Babakhanova Z., Aripova M. Kh. Highly Refractory Alumina-Periclase-Carbon Ceramic Materials Based on a Spinel Binder// Ж. Refractories and Industrial Ceramics. Springer Science+Business Media NY. 2019. P. 1–5.
<https://doi.org/10.1007/s11148-019-00253-w>.
20. <http://www.ziyonet.uz>
21. <http://www.texhology.ru>
22. www.ximik.ru – Химическая энциклопедия.
23. www.mincryst.ru
24. <https://www.bruker.com/ru/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/x-ray-diffraction/xrd-software.html>
25. <http://www.xpowder.com/download/xpowder.pdf>
26. www.studmed.ru/williams-db-carter-cb-transmission-electron-microscopy-a-textbook-for-materials-science_ca596c074b6.html
27. <http://dataanalysiswaringi.blogspot.com/2017/05/xrd-data-analysis-software-free-download.html>
28. www.studmed.ru/bhadeshia-hkdh-worked-examples-in-the-geometry-of-crystals_a6f1c271622.html
29. www.studmed.ru/pecharsky-vk-zavalij-py-fundamentals-of-powder-diffraction-and-structural-characterization-of-materials_18a5ed3ebb0.html
30. www.studmed.ru/sands-de-introduction-to-crystallography_c15cc2d4742.html

O'QUV ADABIYOTINING NASHR RUXSATNOMASI

O'zbekiston Respublikasi Oliy va o'rta maxsus
ta'lim vazirligining 20 21 yil "31" May dagi
"237" -sonli buyrug'iga asosan

Z. A. Babaxanova

(muallifning familiyasi, ismi-sharifi)

Texnika oliy o'quv yurtlari talabalari uchun

(ta'lim yo'nalishi (mutaxassisligi))

_____ ning
talabalari (o'quvchilari) uchun tavsiya etilgan

Fizik kimyoviy tahlil usullari nomli darsligi

(o'quv adabiyotining nomi va turi: darslik, o'quv qo'llanma)

_____ ga
O'zbekiston Respublikasi Vazirlar Mahkamasi tomonidan
litsenziya berilgan nashriyotlarda nashr etishga ruxsat
berildi.



Vazir

(imzo)

• *A. Toshkulov*

Ro'yxatga olish raqami

237-605



MUALLIF HAQIDA



Babaxanova Zebo Abdullaevna

Toshkent kimyo-texnologiya instituti «Silikat materiallar, nodir va kamyob metallar texnologiyasi» kafedrasi professori, texnika fanlari doktori

Keramika, shisha va bog'lovchi, qurilish va kompozitsion materiallar texnologiyasi bo'yicha mutaxassis, olim. Kimyo va kimyoviy texnologiya sohasida xalqaro standartlarga mos keladigan yangi ta'lim turlarini takomillashtirish, O'zbekiston xom ashyolari asosida shisha, shishakristal va keramik materiallar ishlab chiqarishni tadbiq etishda o'zining xissasini qo'shib kelayotgan olima ayol.

250 dan ortiq maqola va tezislar muallifi, shu jumladan chet el jurnallarida 20 dan ortiq maqolalar chop etgan.

O'zbekiston Respublikasining "Shuxrat" Faxriy medali (2014); "Institutning eng yaxshi o'qituvchi-tadqiqotchisi" sertifikat (2018); Ilgor olima-ael sertifikat (AQSh Kongressi sertifikat, 2018 y.) sohibi.

Babaxanova Z.A.

FIZIK KIMYOVIY TAHLIL USULLARI

D A R S L I K

**Texnika oliy o‘quv yurtlari talabalari
uchun darslik**

Бичими 60x84 1/16. Ризограф босма усули. Times гарнитураси.

Шартли босма табағи: 21. Адади 50. Буюртма № 38.
Баҳоси келишилган нархда.

«_BIZNES-POLIGRAF» босмахонасида чоп этилган.
Босмахона манзили: _Chilonzor tumani, Katta Qozirabot 65-uy
«__MUHR-PRESS__» нашриёти.