

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

**ОЛИЙ ТАЪЛИМ ТИЗИМИ ПЕДАГОГ ВА РАҲБАР КАДРЛАРИНИ
ҚАЙТА ТАЙЁРЛАШ ВА УЛАРНИНГ МАЛАКАСИНИ ОШИРИШНИ
ТАШКИЛ ЭТИШ БОШ ИЛМИЙ - МЕТОДИК МАРКАЗИ**

**ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ
ПЕДАГОГ КАДРЛАРНИ ҚАЙТА ТАЙЁРЛАШ ВА УЛАРНИНГ
МАЛАКАСИНИ ОШИРИШ ТАРМОҚ МАРКАЗИ**

“ТАСДИҚЛАЙМАН”

ТКТИ ўқув ишлари бўйича
проректор доц. Муталов Ш.А.

“___” _____ 2015 йил

**“Ноорганик маҳсулотларни физик-кимёвий таҳлил қилишнинг
замонавий усуслари” модули бўйича**

ЎҚУВ УСЛУБИЙ МАЖМУА

Қайта тайёрлаш ва малака
oshiishi йўналиши:

Қайта тайёрлаш ва малака
oshiishi мутахассислиги:

Тингловчилар контингенти:

Қайта тайёрлаш ва малака
oshiishi курси муддати

Кимёвий технология (ноорганик
маҳсулотлар ишлаб чиқариш соҳалари
бўйича)

Ноорганик маҳсулотлар ишлаб чиқариш
технологиялари (ишлаб чиқариш соҳалари
бўйича)

Олий таълим муассасаларининг профессор-
ўқитувчилари

8 хафта (288 соат)

Тошкент – 2015

Техника олий таълим муассасалари таълим йўналишлари ва мутахассисликларининг умумкасбий ва маҳсус фанлари профессор-ўқитувчилари учун тузилган қайта тайёрлаш ва малака ошириш курсининг “Но органик маҳсулотлар ишлаб чиқаришнинг замонавий технологиялари” модули маъruzалар матни кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларини кимёвий ва минералогик таркиби, хамда структурасини ўрганишда қўлланиладиган замонавий таҳлил усулларининг назарий асослари, кимё саноати маҳсулотларининг сифатини уларнинг таркиби орқали назорат қилиш, замонавий физик-кимёвий таҳлил усулларидағи асбоб ускуналар билан ишлашнинг ўзига хос хусусиятларига оид билим, қўникма ва малакаларини янгилаб боришга қаратилган.

Тузувчилар: **З.А.Бабаханова** - Тошкент кимё технология институти, “Силикат материаллар, нодир ва камёб металлар технологияси” кафедраси доценти, т.ф.н.;
З.Ч.Кадирова - “Силикат материаллар, нодир ва камёб металлар технологияси” кафедраси доценти, к.ф.н.

Тақризчилар: **А.М.Реймов** - ЎзРФА “Умумий ва но органик кимё” институти директор мувовини т.ф.д.
М.Ю.Юнусов - Тошкент кимё-технология институти илмий котиби т.ф.д. профессор.

Маъруза матни Тошкент кимё-технология институти илмий кенгашида тавсия қилинган (20__ йил “___”“___”“___”-сонли баённома).

МУНДАРИЖА

| | |
|---|----|
| ИШЧИ ЎҚУВ ДАСТУРИ..... | 4 |
| МАЪРУЗА МАТНИ | 12 |
| 1- мавзу. Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий тахлилни илмий аҳамияти. Материаллар структурасини ўрганишда замонавий микроскопик, комплекс электрон микроскопик, рентген микроскопия ва рентген-спектрал тахлили (микрозонд тахлили) имкониятлари..... | 12 |
| 2-мавзу. Инфрақизил спектроскопик тахлил, замонавий жихозлари..... | 29 |
| 3-мавзу. Рентгенографик тахлил, физиковий асоси. Рентген нурлари, замонавий текшириш усуллари ва асосий ускуналар..... | 39 |
| 4-мавзу. Термик тахлил, дифференциал термик тахлил, дифференциал термогравиметриқ, комплекс термик тахлил усуллари..... | 47 |
| ГЛОССАРИЙ | 65 |
| ФОЙДАЛАНИЛГАН АДАБИЁТЛАР | 66 |

ИШЧИ ЎҚУВ ДАСТУРИ

Дастурнинг асосий мақсади ва вазифалари:

Кимёвий технология (ноорганик маҳсулотлар ишлаб чиқариш соҳалари бўйича) қайта тайёрлаш ва малака ошириш йўналишини “Ноорганик маҳсулотлар ишлаб чиқариш технологиялари” мутахассислиги ўқув режасида маҳсус фанлар блокига киритилган “Ноорганик маҳсулотларни физик-кимёвий таҳлил қилишнинг замонавий усуслари” фани ўқув дастурининг **мақсади** – кимё саноати маҳсулотларини физик кимёвий таҳлил қилиш усуслари, материалларда керакли структура ва хоссаларни таъминлашда замонавий физик кимёвий усусларни ўрни ва моҳияти, асосий асбоб ускуналари тўғрисида назарий ва касбий тайёргарликни таъминлаш ва янгилаш, касбий компетентликни ривожлантириш асосида таълим-тарбия жараёнларини самарали ташкил этиш ва бошқариш бўйича билим, кўникма ва малакаларни такомиллаштиришга қаратилган.

“Ноорганик маҳсулотларни физик-кимёвий таҳлил қилишнинг замонавий усуслари” фанининг **вазифаси** - замонавий физик кимёвий таҳлил усусларининг назарий ва амалий принциплари, кимёвий технологияда хом ашё ва маҳсулотларнинг кимёвий ва минералогик таркибини, структура тузилишларини, ҳарорат таъсирида намоён бўладиган жараёнларни аниқловчи микроскоп, рентген, электрон микроскоп, ИК-спектрометр, дериватограф каби жихозларни яратилиш тарихи ва ривожининг тенденцияси, замонавий физик кимёвий таҳлил усусларида ишлатиладиган аппаратура ва жихозларининг таснифи, тузилиши, худудий муаммоларнинг кимё маҳсулотлар ишлаб чиқаришга таъсирини билиши даркор ва улардан самарали фойдаланиш усусларини ўрганишга йўналтиришдан иборат.

Курс якунида тингловчиларнинг билим, кўникма ва малакаларига қўйиладиган талаблар:

“Ноорганик маҳсулотларни физик-кимёвий таҳлил қилишнинг замонавий усуслари” фани бўйича тингловчилар қўйидаги янги билим, кўникма, малака ҳамда компетенцияларга эга бўлишлари талаб этилади:

Тингловчи:

- кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларини физик-кимёвий таҳлил усусларини назарий асосларини ва қўлланилиш имкониятларини;
- микроскопик таҳлилнинг назарий асосларини;
- инфрақизил спектроскопик таҳлилнинг физиковий асосларини;

- термик таҳлилнинг назарий асосларини;
- рентгенографик таҳлилнинг физикавий асосларини ***билиши*** керак.

Тингловчи:

- кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларини физик-кимёвий таҳлили босқичларини режалаштириш ва бажариш;
- кимё маҳсулотларини таркиби ва структурасини ўрганишда қўлланиладиган физик-кимёвий таҳлил усулларидан самарали фойдалана олиш;
- кристаллоптик, иммерсия ва металграфик таҳлил усулларидан фойдалана олиш;
- электрон микроскопик, рентген микроскопия ва рентген-спектрал (микрозонд таҳлил) усулларидан фойдалана олиш;
- инфрақизил спектроскопик таҳлил, моддаларнинг инфрақизил спектрлари билан модда таркибидаги комплекс группа ва радикаллар тузилиши орасидаги назарий боғлиқликни аниқлаш;
- рентгенографик таҳлил асосида текшириш усуллари ва рентгенографияда қўлланиладиган асосий ускуналардан фойдалана олиш;
- термик ва спектрал таҳлил усулларидан самарали фойдалана олиш ***кўникмаларига*** эга бўлиши лозим.

Тингловчи:

- кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотлари физик-кимёвий таҳлилининг усулларини танлаш ва иқтисодий жихатдан таърифлаш;
- кристалл моддаларни рентген-фазавий таҳлил қилиш ва кристалл панжарадаги текисликлараро масофани ҳисоблаш;
- аморф моддаларни ўрганишда инфрақизил таҳлилни бажариш, сифат (молекуляр, структура-гурухланиш) ва миқдорий таҳлилда инфрақизил спектрларни олиш ва ечиш;
- синтез қилинган кимё маҳсулотларини замонавий физик-кимёвий таҳлил қилиш ва натижаларни ўзлаштириш
- фан мавзуларни ўқитишнинг дидактик таъминотини яратиш ишларини олиб бориш ***малакаларига*** эга бўлиши зарур.

Тингловчи:

- технологик ишлаб чиқаришни режалаштириш ва ташкиллаштиришни;
- технологик жараёнлар ўтказилишиши учун оптимал омиллар танлашни;
- ноорганик моддалар ишлаб чиқариш корхоналарида комплекс масалаларни ечиш;

- мутахассисликка мос янги илмий натижалар, илмий адабиётлар ёки илмий-тадқиқот лойиҳаларини таҳлил қилиш;
- ноорганик моддалар ишлаб чиқариш жараёнларидаги мавжуд долзарб амалий масалаларини ечиш учун янги технологияларни қўллаш;
- намунавий методикалар ва бошқалар бўйича экспериментал тадқиқотларни ўтказиш ва уларнинг натижаларига ишлов бериш;
- ноорганик моддалар, силикат материаллар, камёб ва нодир металлар хоссаларини аниқлаш ва йўналтирилган ҳолда бошқариш, хусусиятларининг сифатини назорат қилиш усулларини ишлаб чиқиши ва амалда қўллаш **компетенцияларига эга бўлиши лозим**.

Фаннинг ўқув режадаги бошқа фанлар билан боғлиқлиги ва узвийлиги

“Ноорганик маҳсулотларни физик-кимёвий таҳлил қилишнинг замонавий усуллари” фани қайта тайёрлаш ва малака ошириш йўналишини “Ноорганик маҳсулотлар ишлаб чиқариш технологиялари” мутахассислиги бўйича киритилган “Ноорганик маҳсулотлар ишлаб чиқаришнинг замонавий технологиялари” ва “Ноорганик маҳсулотлар ишлаб чиқаришдаги замонавий жиҳозлар ва ускуналар” билан узлуксиз боғлиқ бўлиб, ушбу фанларни ўзлаштиришда амалий ёрдам беради. “Ноорганик маҳсулотларни физик-кимёвий таҳлил қилишнинг замонавий усуллари” фанини тўлиқ ўзлаштиришда ва амалий вазифаларни бажаришда “Таълимда мультимедиа тизимлари ва масофавий ўқитиш методлари”, “Электрон педагогика асослари ва педагогнинг шахсий, касбий ахборот майдонини лойиҳалаш”, хамда “Амалий хорижий тилни ўрганишнинг интенсив усуллари” фанлари ёрдам беради.

Фаннинг Олий таълимдаги ўрни

“Ноорганик маҳсулотларни физик-кимёвий таҳлил қилишнинг замонавий усуллари” фани қайта тайёрлаш ва малака ошириш йўналишини “Ноорганик маҳсулотлар ишлаб чиқариш технологиялари” мутахассислиги бўйича маҳсус фанлардан дарс берувчи профессор ўқитувчилар учун муҳим ўринни эгаллайди. Ушбу фан Олий таълим муассасаларида талаба ва педагоглар томонидан ўқув-илмий ишларини олиб бориш учун асосий назарий ва амалий билимларни беради.

Модул бўйича соатлар тақсимоти

| № | Мавзу | Назарий | Амалий | Кўчма машғулот | Тажриба алмашиниш | Мустақилий |
|----------|---|----------------|---------------|-----------------------|--------------------------|-------------------|
| 1 | Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий тахлилни илмий аҳамияти. Материаллар структурасини ўрганишда замонавий микроскопик, комплекс электрон микроскопик, рентген микроскопия ва рентген-спектрал тахлили (микрозонд тахлили) имкониятлари. | 2 | 2 | - | - | 2 |
| 2 | Инфрақизил спектроскопик тахлил, замонавий жихозлари. | 2 | 4 | - | - | |
| 3 | Рентгенографик тахлил, физиковий асоси. Рентген нурлари, замонавий текшириш усуллари ва асосий ускуналар. | 2 | 4 | | | |
| 4 | Термик тахлил, дифференциал термик тахлил, дифференциал термогравиметрик, комплекс термик тахлил усуллари. | 2 | | | | |
| | Жами | 8 | 10 | | - | 2 |

Маъруза машғулотларининг мазмуни

1 – мавзу. Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий тахлилни илмий аҳамияти.

Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий тахлилни илмий аҳамияти. Материаллар структурасини ўрганишда замонавий микроскопик, комплекс электрон микроскопик, рентген микроскопия ва рентген-спектрал тахлили (микрозонд тахлили) имкониятлари.

2 – мавзу. Инфрақизил спектроскопик тахлил, замонавий жихозлари.

Инфрақизил спектроскопик тахлил, физиковий асоси. Моддаларнинг инфрақизил спектрлари. Инфрақизил нурларни ютиш ва қайтариш спектрлари билан модда таркибидаги комплекс группа ва радикаллар тузилиши орасидаги назарий боғлиқлик. Усулнинг амалиётда кулланиши имкониятлари. Усулнинг афзаллиги ва камчилиги. Спектр аппаратлари-асбоблари, конструкциялари.

3- мавзу. Рентгенографик тахлил, физикавий асоси. Рентген нурлари, замонавий текшириш усуллари ва асосий ускуналар..

Рентгенографик тахлил, физикавий асоси. Рентген нурлари, замонавий текшириш усуллари ва асосий ускуналар. Сифат рентген фазавий тахлил, кристалл панжарадаги текисликлараро масофани ҳисоблаш.

4-мавзу. Термик тахлил, дифференциал термик тахлил, дифференциал термогравиметрик, комплекс термик тахлил усуллари.

Термик тахлил. Дифференциал термик тахлил, дифференциал термогравиметрик, комплекс термик тахлил усуллари. Термография усулининг назарий тахлили. Термография усулининг физик асослари- қайтар ва қайтмас жараёнлар. Эндотермик ва экзотермик эффектлар ва уларнинг моҳияти. Усулдан амалий фойдаланиш имкониятлари. Усулининг афзаллиги ва камчилиги.

Амалий машғулотлар мавзулари

Амалий машғулотларда тингловчилар ўқув модуллари доирасидаги ижодий топшириқлар, кейслар, ўқув лойиҳалари, технологик жараёнлар билан боғлиқ вазиятли масалалар асосида амалий ишларни бажарадилар.

Амалий машғулотлар замонавий таълим услублари ва инновацион технологияларга асосланган ҳолда ўтказилади. Бундан ташқари, мустақил ҳолда ўқув ва илмий адабиётлардан, электрон ресурслардан, тарқатма материаллардан фойдаланиш тавсия этилади.

1 –мавзу. Материаллар структурасини ўрганишда замонавий микроскопик, комплекс электрон микроскопик, рентген микроскопия ва рентген-спектрал микрозонд тахлили.

Кимё маҳсулотлари ва табиий минераллардаги кристалларнинг ўлчамлари ва габитусини ўрганиш. Кимё маҳсулотлари ва табиий минераллар структураси ва кимёвий таркибини замонавий комплекс рентген-спектрал микрозонд тахлили усули ёрдамида ўрганиш.

2 –мавзу. Кимё маҳсулотларини инфрақизил спектроскопик тахлили, моддаларнинг инфрақизил спектрлари.

Моддаларнинг инфрақизил нурларни ютиш ва қайтариш спектрларини ўрганиш, ютиш ва қайтариш спектрлари билан модда таркибидаги комплекс группа ва радикаллар тузилиши орасидаги назарий боғлиқликни ўрганиш.

З –мавзу. Рентген аппаратларининг тузилиши, асосий қисмлари ва уларнинг вазифалари. Берилган намунанинг рентгенографик тахлил асосида минералогик таркибини аниқлаш.

Кимё маҳсулотларини рентгенографик тахлил қилиш, ДРОН-4 рентген аппаратининг тузилиши, асосий қисмлари ва уларнинг вазифалари. Берилган намунанинг рентгенографик тахлил асосида фазавий таркибини аниқлаш.

Мустақил иш мазмуни

Мустақил таълимни ташкил этишнинг шакли ва мазмуни

Мустақил таълим тегишли ўқув модули бўйича ишлаб чиқилган топшириқлар асосида ташкил этилади ва унинг натижасида тингловчилар битирув иши (лойиха иши) ни тайёрлайди.

Битирув иши (лойиха иши) доирасида ҳар бир тингловчи ўзи дарс берадиган фани бўйича электрон ўқув модулларининг тақдимотини тайёрлайди.

Электрон ўқув модулларининг тақдимоти қуидаги таркибий қисмлардан иборат бўлади:

Силлабус;

Кейслар банки;

Мавзулар бўйича тақдимотлар;

Бошқа материаллар (фанни ўзлаштиришга ёрдам берувчи қўшимча материаллар: электрон таълим ресурслари, маъруза матни, глоссарий, тест, кроссворд ва бошқ.)

Электрон ўқув модулларини тайёрлашда қуидагиларга алоҳида эътибор берилади:

- тавсия қилинган адабиётларни ўрганиш ва тахлил этиш;
- соҳа тараққиётининг устивор йўналишлари ва вазифаларини ёритиш;
- мутахассислик фанларидаги инновациялардан ҳамда илғор хорижий тажрибалардан фойдаланиш.

Шунингдек, мустақил таълим жараёнида тингловчи касбий фаолияти натижаларини ва талабалар учун яратилган ўқув-методик ресурсларини “Электрон потрфолио” тизимига киритиб бориши лозим.

Тавсия этилаётган малакавий иш мавзулари:

1. Ноорганик моддалар структурасини ва таркибини ўрганишда замонавий физик кимёвий тахлил қилиш усувлари.
2. Кимё маҳсулотлари ва кимёвий ишлаб чиқаришдаги хом ашёларни замонавий термик тахлил қилиш усувлари.
3. Кимё маҳсулотларини замонавий комплекс рентген спектрал тахлил қилиш усули, унинг афзалликлари ва камчиликлари, усул аппаратлари.

4. Кимё маҳсулотларини замонавий комплекс рентген-флуоресцент таҳлил қилиш усули.
5. Кимё маҳсулотларини замонавий сканерли микрозонд таҳлил қилиш усули.
6. Кимё саноати маҳсулотларини ўрганишда рентген таҳлил усулларидан фойдаланиш имкониятлари.
7. Материалларнинг инфракизил спектрлари.
8. Кимё ва фармацевтика маҳсулотларини таҳлил қилишда замонавий инфракизил спектроскопия усулини қўллаш.
9. Кристалл материаллар структурасини ўрганишда рентген таҳлилнинг ўрни ва ахамияти.
10. Рентген таҳлилнинг тарихи ва ривожланиш тенденциялари.
11. Ноорганик моддаларни ўрганишда магнит физик кимёвий таҳлил қилиш усуллари.
12. Кимё саноати маҳсулотларини ўрганишда спектрал таҳлил усулларидан фойдаланиш имкониятлари.

Дастурнинг ахборот-методик таъминоти

Модулларни ўқитиш жараёнида ишлаб чиқилган ўқув-методик материаллар, тегишли соҳа бўйича илмий журналлар, Интернет ресурслари, мультимедиа маҳсулотлари ва бошқа электрон ва қоғоз вариандаги манбаалардан фойдаланилади.

Фойдаланиладиган адабиётлар рўйхати

Асосий адабиётлар

1. Каримов И.А. Асосий вазифамиз – ватанимиз тарракқиёти ва халқимиз фаровонлигини янада юксалтиришdir. Тошкент. 2010 йил.
2. Каримов И.А. “Мамлакатни модернизация қилиш ва кучли фуқоролик жамиятини барпо этиш –устувор мақсадимиздир. Тошкент. 2010 йил.
3. Исматов А.А. Силикат ва қийин эрийдиган нометалл материаллар физик-кимёвий таҳлилнинг замонавий усуллари. Тошкент: Фан ва технология, 2006. -272 бет.
4. Отакузиев Т.А., Исматуллаев П.Р., Азизов Т.А. Анорганик моддалар физик-кимёвий таҳлилининг замонавий усуллари. Тошкент: Тошкент кимё-технология институти, 2002.- 111 б.
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.-264c.

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., Зо-ров Н.Б., Методы спектрального анализа, М., 1990.

Қўшимча

1. Михеев В.И., Сальдау Э.П. Рентгенофизический определитель минералов [Т.И]. – Л.: Недра, 1965.-364с.
2. Ҳамрабаев И.К., Раджабов Ф.Ш. Петрография асослари. Тош.: Ўқитувчи, 1984.- 184 б.
3. Азимов Ш.Ю., Тожиев Ф.Х. Анорганик моддаларнинг физик-кимёвий анализи. Тошкент: Ўқитувчи, 1977.- 132 б.
4. Горшков В.С., Тимашев В.В., Савельев В.Г. Методы физико-химического анализа вяжущих веществ. Москва: Высшая школа, 1981.- 281 с.
5. Authier - Volume D. Physical properties of crystals / Отье А. - Том. D. Физические свойства кристаллов - 2003 г. (Kluwer Academic Publishers, 1е издание, 527 с., ISBN 1-4020-0714-0)
6. Sydney Hall, Brian McMahon - Volume G. Definition and exchange of crystallographic data / Сидни Холл, Брайан МакМэхон - Том G. Определение и обмен кристаллографическими данными - 2005 г. (Springer, 1е издание, 598 с., ISBN 0-4020-3138-6).
7. Hammond C. The Basics of Crystallography and Diffraction Oxford university press, 2009, 3ed edition.
8. [Pecharsky V.K., Zavalij P.Y. Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials](#)Springler. 2005. 713 p.
9. [Hahn Th. \(ed.\) International tables for crystallography. Vol. A. Space-group symmetry](#) 5th rev. ed. – Springer, 2005. – 911 p.

МАЪРУЗА МАТНИ

1- мавзу. Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий тахлилни илмий аҳамияти. Материаллар структурасини ўрганишда замонавий микроскопик, комплекс электрон микроскопик, рентген микроскопия ва рентген-спектрал тахлили (микрозонд тахлили) имкониятлари.

Режа:

1. Кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларини тадқиқ қилишда микроскопик, инфракызил спектроскопик, рентгенографик ва термик усусларининг турлари. Физик- кимёвий, физикавий-механикавий ва термик жараёнларни ўрганишда бошқа усуслар.

2. Микроскопик тахлилнинг назарий асослари. Микроскопик тахлил қурилмалари. Микроскопик усулдан фойдаланишинг амалий имкониятлари. Усулининг афзаллиги ва камчиликлари.

Таянч сўз ва иборалар: кимёвий технология, текшириш усуслари, физикавий, кимёвий таркиб, физик-кимёвий, фотокалориметрик, глиноzem миқдорини аниқлаши, кремнезем миқдорини аниқлаши, микроскопия, оптика, кристаллооптика, кристаллооптик тахлил, металлографик тахлил, нур синдириши кўрсатгичи, симметрия, чўзиқ кристалларнинг сўниши, узайиши белгиси, оптик белги, габитус, қўшалоқликлар, минерал ранги.

Блиц сурʼов саволлари

| № | Саволлар | Жавоблар |
|---|---|----------|
| 1 | Физик-кимёвий тахлил деганда нимани тушунсиз? | |
| 2 | Физик-кимёвий тахлил таърифини келтиринг ва унинг технологик жараёнларни бошқаришдаги ролини ёритиб беринг. | |
| 3 | Физик-кимёвий тахлилиниң қандай асосий усуслари бор? | |
| 4 | Физик-механикавий, термик ва бошқа жараёнларни ўрганишда кўлланиладиган яна қандай усусларни биласиз? | |
| 5 | Нима учун илмий-тадқиқотлар олиб боришда бир нечта усусларни бир вактида қўлланилиши зарур? | |

1. Кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларини тадқиқ қилишда микроскопик, инфрақизил спектроскопик, рентгенографик ва термик усуllibарининг турлари. Физик- кимёвий, физикавий-механикавий ва термик жараёнларни ўрганишда бошқа усуllibар.

Кимёвий технология йўналиши фанларидан дарс берувчи педагоглар малакасини ошириш курсининг ўқув режаси мутахасислик бўйича тайёргарлик фанлари блокига киритилган “Кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларини замонавий таҳлил этиш усуllibар” фани ўқув дастурининг *мақсади* – кимё саноати маҳсулотларини физик кимёвий таҳлил қилиш усуllibар, материалларда керакли структура ва хоссаларни таъминлашда замонавий физик кимёвий усуllibарни ўрни ва моҳияти, асосий асбоб ускуналари тўғрисида назарий ва касбий тайёргарликни таъминлаш ва янгилаш, касбий компетентликни ривожлантириш асосида таълим-тарбия жараёнларини самарали ташкил этиш ва бошқариш бўйича билим, кўникма ва малакаларни такомиллаштиришга қаратилган.

Ушбу дастур кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларини физик кимёвий таҳлил қилиш усуllibар, усулда ишлатиладиган аппаратуралар ва жихозларининг таснифи, тузилиши, хом ашёнинг кимёвий ва минералогик таркиби, структура тузилишлари, термик эффектларни аниқловчи жихозлар - микроскоп, рентген, электрон микроскоп, ИК-спектрометр каби жихозларини яратилиш тарихи ва ривожининг тенденцияси, истиқболи ҳамда республикамиздаги ижтимоий - иқтисодий ислоҳотлар натижалари ва худудий муаммоларнинг кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларии ишлаб чиқариш соҳасида ишлаб чиқариладиган буюмларнинг истиқболига таъсири масалаларини қамрайди.

1. Физик-кимёвий таҳлилнинг таърифи. Физик-кимёвий таҳлилнинг усуllibари.

Физик-кимёвий таҳлил бу - тайёр маҳсулот олиш учун ишлаб чиқариш жараёнларида кўлланиладиган усул ва методлар (хом ашъё, материал ёки ярим фабрикатларга ишлов бериш, аралаштириш, қолиплаш, қуритиш, куйдириш каби жараёнлар орқали уларнинг холати, шакли ва хусусиятини ГОСТ, ТУ каби техник шароитлар талаблари бўйича ўзгартириш) мажмунини тўла таъминловчи ва шу билан бирга технологик жараёнларнинг турли босқичларидағи назоратни ҳам ўз ичига олган кимёвий, физик-кимёвий ва физикавий омиллар йигиндиси.

Физик-кимёвий таҳлилда шу кунга қадар инсониятга маълум бўлган барча ассосий анализ методлари группасидан, масалан, кимёвий (вазн, ҳажм, колориметрик, газ ҳажмий ва бошқа), физик-кимёвий (электровазний, потенциометрик, амперометрик, полярографик, фотоколориметрик, хроматографик ва бошқа) ва физикавий (рентгеноспектрал, аланга фотометрияси, масса спектроскопик, лю-минесцент, активацион, магнит каби) анализ методларидан фойдаланилади.

Физик-кимёвий таҳлил кейинги вактларда фан ва техниканинг турли соҳаларида кимёвий бирикма, минерал, тупроқ, қурилиш материаллари, керамика, шиша ва ситалл ҳамда боғловчи материалар хом ашъёлари, органик ва ноорганик ишлаб чиқариш маҳсулотларини текширишда кенг қўлланмоқда. Айниқса саноатда технологик жараёнлар назорати ва материаллар анализыда у жуда ҳам қўл келмоқда.

Кимё саноатида маҳсулотлар, табиий ва сунъий минераллар ҳамда кимёвий бирикмаларнинг структуралари, фазовий таркиблари, микротузилиши, иссиқлик таъсирида структураларини ўзгартиришлари физик-кимёвий текширишлар орқали аниқланади. Кимёвий ишлаб чиқаришда олинган барча маҳсулот тури, масалан цемент кукуни, керамика буюми, шиша ва турли турдаги электрон материаллари (цемент, шифер, гипс, оҳак, ғишт, оловбардош буюм, самарадор ғишт, кошин, қувур, дераза ойна, шиша кристалл, диэлектрик, ўтказгич ва бошқалар) нинг структура ва хоссалари ҳам физик-кимёвий усулда текшириш орқали амалга оширилади.

Текширилаётган модда ёки минерални чукур тахлил этишда фақат бир ёки икки параметр маълумотлари бўйича чекланиб қолмасдан, балки уни комплекс равища тахлил этиш лозим. Олинган натижалар бир-бирини тўлдириб, текширилаётган обьект ҳакида тўлиқ бир холоса чиқаришга имкон беради. Илмий тахлилни саноатда кўллаш орқали ишлаб чиқарилаётган маҳсулот сифати яхшиланади ва таннархининг арzonлашишига эришилади.

Физик-кимёвий тахлилнинг асосий усуллари. Кимёвий модда, камёб, нодир ва тарқоқ металлар, силикатлар ва қийин эрийдиган нометалл материаллар, минерал ўғитлар, органик синтез маҳсулотлари, полимер ва пластмасса, композицион бирикмалар, табиий тоғ жинслари ва уларга ўхшаш сунъий маҳсулотлар жуда хилма-хил ва мураккаб. Шунинг учун уларнинг хусусиятлари ва таркиблари ҳам турличадир. Бундай материалларни текшириш усуллари ҳам турлича бўлиб, уларни икки катта группага ажратиш мумкин:

1. Оптика усуллари. Бу группага умумий номи кристаллооптика деб аталувчи иммерсион тахлил, металлографик тахлил, монокристаллар тахлили кирган бўлиб, улар маҳсус оптика асбоблари - поляризацион ва металлографик микроскоплар орқали олиб борилади.

2. Кимёвий ва физик-кимёвий усуллар. Буларга петрографиянинг петрокимё, петрургия, петрофизика каби соҳалари киради. Бу усуллар ёрдамида материалларининг таркибини мукаммал ўрганиш ва уларнинг пайдо бўлиши, хосса-хусусиятларни физик-кимёвий қонунлар нуқтаи назаридан талқин этиш мумкин. Ҳозирги вақтда минералогик-геокимёвий текшириш усули номи билан аталувчи тадқиқотларни ўтказишида спектрал, рентген спектрал ва радиометрик анализ усулларидан фойдаланилади. Рентгеноэлектрон микроанализ методи ёрдамида эса минералларнинг таркиби тез ва сифатли аниқланади. Петрургия усулида сунъий маҳсулотлар ўрганилиб, уларнинг табиий минераллар генезисига ўхшаш-ўхшамаслиги аниқланади.

Кимёвий ишлаб чиқариш маҳсулотларини физик-кимёвий тахлилнинг асосий усуллари қаторига киради: микроскопия; электрон микроскопия; рентгенография; термография; ИК спектроскопия; ядро магнит резонанси (ЯМР); электрон парамагнит резонанси (ЭПР); электронография; хромотография; магнетохимия; изотропия; кимёвий анализ; спектрал анализ; бошқа усуллар ёрдамида ўрганилади.

Намуналарни фотокалориметрик усулда аниқлаш. Фотокалориметрик тахлилни ФЭКН-57 типидаги жихозда олиб борилади. Бу экспресс тахлил усули бўлиб, тортиш усулiga қараганда турли хил кимё саноати маҳсулотлардаги мухим компонентларни топишда қисқа вақтни олади.

Компонентларни аниқловчи фотокалориметрик усул эритмадан ўтадиган интенсив нурни камайиши даражасини моддадаги бўялган комплекс кўринишида аниқлашга асосланган.

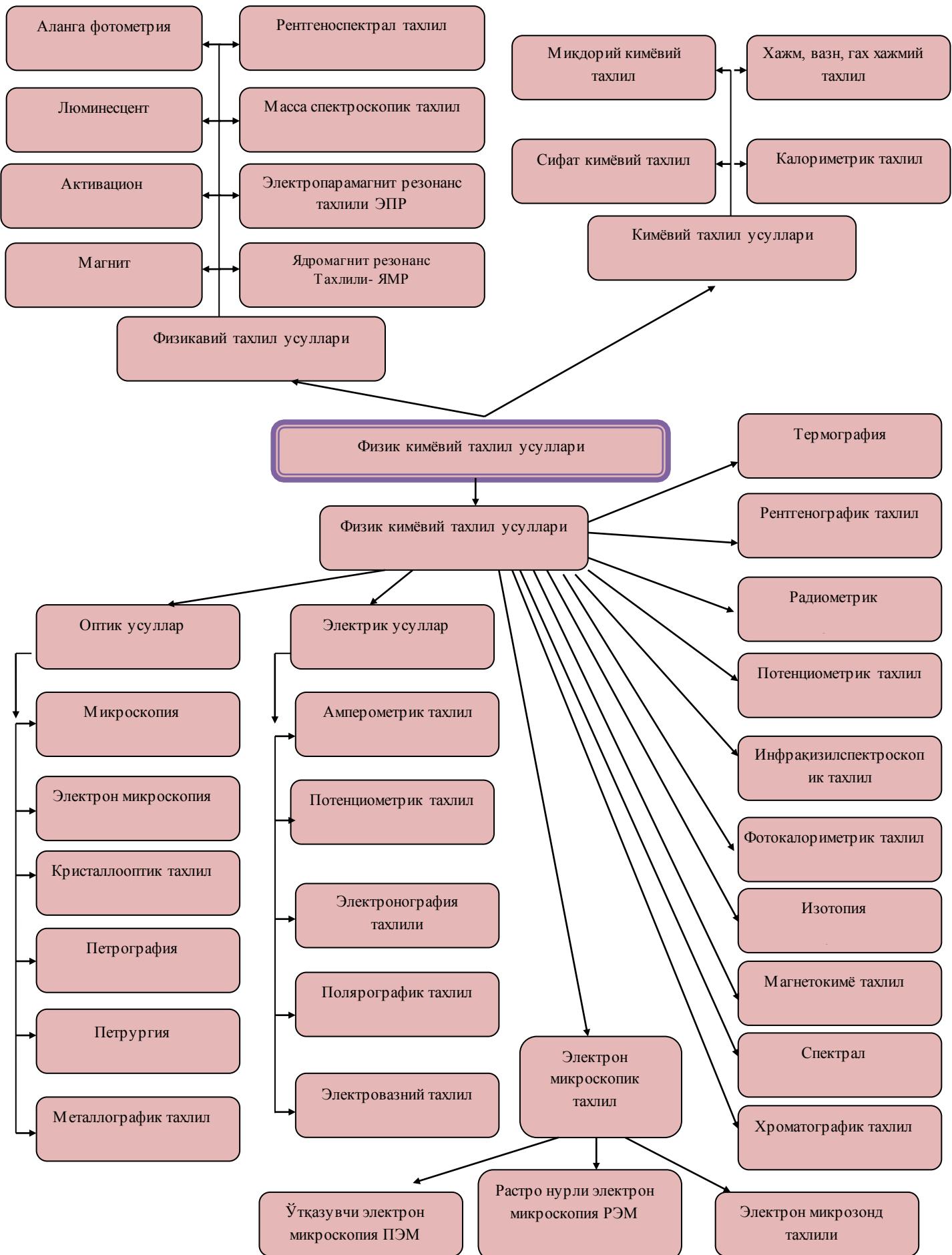
Фотокалориметрик усулда эритманинг қалинлиги ўзгармас ҳолатда бўлади, шунинг учун факат оптик зичлик, яъни ундан чиқаётган интенсив нурни логарифми нисбати аниқланади. Ҳар хил концентрациясидаги (стандарт ва аниқлананаётган) иккита бўялган эритмани ҳолати қуйидаги тенглама асосида ифодаланиши мумкин:

$$\frac{D_1}{D_2} = \frac{C_1}{C_2}$$

Бу ерда D_1 – ва D_2 - стандарт ва аниқлананаётган эритманинг оптик зичлиги;

C_1 ва C_2 - стандарт ва аниқлананаётган эритманинг концентрацияси.

D_1 ва D_2 аниқланиб C_1 ни концентрациясини билган ҳолда C_2 ни концентрациясини хисоблаб топиш мумкин. Шундай килиб, стандарт (этalon эритма) эритмани концентрациясини билган ҳолда, текширилаётган эритманинг миқдорини аниқлаш мумкин.



Расм 1. “Физик кимәвий тәхлил усуулары” мавзусига кластер диаграммаси.

Бу ҳолни аниқлаш учун градуировкали график куриш аниқ натижаларни беради. Бунинг моҳияти концентрацияси аниқ бўлган текширилаётган стандарт эритмаларнинг концентрацияси билан оптик зичлиги орасидаги боғланиш графигини мг/л ёки % хисобида таъсирашдан иборат. Эритманинг оптик зичлигини аниқлангандан сўнг, шу график ёрдамида текширилаётган эритма концентрациясини топилади.

2. Микроскопик тахлил усулининг аҳамияти.

Микроскопик текшириш усули аҳамияти ва ривожи. Ноорганик моддалар кимёси ва технологиясида кимёвий моддаларнинг хоссалари ва сифатини ўрганишда кенг кўлланиладиган қадимий усул микроскопик усулдир. Микроскопик усул илмий-текшириш ишлари олиб боришда микроскопни қўллаш ва микроскопик препаратлар ёрдамида жуда кичик, майда, фақат микроскоп билангина кўринадиган заарачаларнинг специфик хосса-хусусиятларини аниқлашга қаратилган усулдир. У аниқ кимёвий методлардан фойдаланиб, жуда оз миқдордаги моддаларни анализ қилиш имконини беради.

Микроскопия усули оптика қонунларига асосланган бўлиб, у ҳақидаги илк маълумотлар эрамиздан аввалги IV-II асрларда яшаган Аристотел, Евклид ва Птолемея асарларида учрайди. Катталаштирувчи шиша ёки лупани эса бу усулининг энг бирламчи ва ўта содда асбоби деб қараш мумкин. Эрамизнинг XI асрида яшаган ва Европада Альхазен номи билан аталган араб олими Ибн Аль-Хайтан, XIII асрда тадқиқотлар олиб борган Роджер Бэкон, XVI аср бошида яшаган италиялик рассом Леонардо да Винчи фотометрия назарияси ва амалиётига асос солиши. Оптика асбобларини кашф этиш ва ясаш эса XVII аср бошларига тўғри келади. Жумладан, 1609 йил италиялик олим Галилео Галилей томонидан катталаштирувчи труба - дурбин, 1611 йил немис олими Иоганн Кеплер томонидан телескоп, 1638 йил У. Гаскойн томонидан окулярли микрометр яратилди.

Майда обьектларни кўрсатувчи маъносини англатувчи “микроскоп” термини ҳаётга 1646 йил немис олими А. Кирхер ва поляк астрономи И. Гавелия томонидан тадбиқ этилди. Аммо микроскопия усулининг “отаси” сифатида бутун дунёда голландиялик А. Левенгук ва Англиялик тадқиқотчи Р. Гук хисобланади. А. Левенгук ўз қўли билан ясаган микроскоп орқали инсоният тарихининг оламшумул ихтиросини яратади. У сув томчиларида шу давргача маълум бўлмаган жонли модда микроблар борлитини аниқлаб, янги фан “микро-биология” га асос солди. Унинг тадқиқотлари француз олими Л. Пастор томонидан давом эттирилди ва натижада турли касалликларнинг пайдо бўлиши ва тарқалишида микроблар асосий сабабчи эканлиги исботлаб берилди. Гук эса ўзи яратган нурли микроскоп орқали ўсимлик ва хайвонларнинг хужайрали тузилишига эга эканлигини кашф этди. Умуман олганда юз йилча давом этган бу даврда микроскопдан кенгроқ фойдаланилди. Микроскопик тахлилнинг такомиллашиши кристаллографиянинг ривож топишига олиб келди.

Кристаллооптика усули. Табиий ва сунъий кимёвий бирикмалар, хом-ашъё, материал ва буюмлар, минерал ва композицияларнинг оптик кўрсатгичларини уларнинг кристалл шакллари, таркиби ва симметрия қонуниятиларига боғлиқ холда ўрганувчи фан соҳаси кристаллооптика деб аталади. Бу соҳа физика, кристаллография ва минералогия фанлари билан боғлиқдир.

Кристаллооптиканда кристалл тузилишига эга бўлган материаллардан нур тўлқинларининг ўтиши ходисалари ўрганилади. Унда тадқиқотлар нур ва унинг турли шароитда тарқалишини кузатиш ва тегиши хулоса чиқариш орқали олиб борилади.



Расм 2. Электромагнит түлқинлар шкаласи.

Нур түлқинлари электромагнит түлқинларидан бирмунча қисқалиги билан фарқланади. Инсон узунлиги 400-760 мкм га тенг бўлган нур түлқинларинигина кўра олади. Электромагнит түлқинлари электр ($E-E_1$) ва магнит ($M-M_1$) түлқинларидан иборат. Бу түлқинлар бир-бирига ва шу билан бирга ёруғлик энергиясининг тарқалиш йўналишига перпендикулярдир. Мана шу ёруғлик энергияси тарқаладиган йўналиш нур деб аталади (2-расм). Кристаллооптика усулида нур тарқалишини кузатиш орқали олиб борилади.

Микроскопик тахлилда нурнинг минераллардан ўтиши ва синиши ходисаси катта ахамиятга эга. Булар орқали куйидаги хусусиятлар аниқланади:

1. Нур синдирилиши ва синдирилиш кўрсатгичи- Ng , Nm ва Np ;
2. Нурни иккиланиб синдириш кучи – ($Ng-Np$) ёки ΔN ;
3. Нур поляризацияси – бир текис поляризацияланган нурларни хосил қилувчи ва микроскопик столчаси остидаги поляризатор орқали бажарилади;
4. Нур интерференцияси – интерференцион рангларнинг пайдо бўлиши;
5. Нисбий микдорни аниқлаш–окуляр сетка ва интеграцион столча орқали;
6. Кимёвий бирикма ва минераллар рельефи – Бекке чизиги;
7. Плеохроизм – модданинг ютиш (абсорбциялаш) қобилияtlари;
8. Минерал ўқлари – Ng ва Np ўқлари;
9. Моддаларнинг узайиш белгиси – мусбат ва манфий узатиш;
10. Сўниш бурчаги – тўғри ва қия синиши ва бошқа хусусиятлар.

Микроскопик тахлилнинг муваффакиятли амалга оширилиши қўлланиладиган аппаратларга кўп жиҳатдан боғлиқ. Тегишли аппаратларсиз илмий-тадқиқот иши, техника ва тиббиёт муаммоларини ҳал этиш мумкин эмас.

1617-1619 йилларда кашф этилган микроскоплар биологик, кимёвий ва бошқа текширишлар учун таалукли поляризацион микроскоплардир.

МП-2, МП-3, МП-4, МИН-4, МИН-5 ва МИН-8 турдаги поляризацион микроскоплар. Улар ёруғлик остида ишлаш учун мўлжалланган замонавий аппаратлар қаторига киради. Кичик ҳажмни катталаштиришда ёруғлик манбаи бўлиб оддий стол лампаси хизмат қилади. Ҳажмни жуда катталаштиришда эса ОИ-9 ва ОИ-19 каби сунъий ёритгичлар қўлланилади.

Одатда нур синдириш кўрсаткичи н ёки N -ни ўлчашда сариқ нурлар, яъни D -натрий бүфлари чизиги (тўлқин узунлиги $\lambda=5893 A^\circ$) қўлланилади.

Объектив сифатида объектив ва окулярлар тўпламига кирган ва объектларни 17,5 X дан то 1350 X гача катталаштирувчи мосламалар қўлланилади.

Хозирги вақтда саноат корхоналари, илмий - текширув институтларида замонавий МИН-8 микроскопи ишлатилади (6- расм).

МИН- 8маркали поляризацион микроскопнинг асосий деталлари қуйидагича:

1- микроскоп асоси - массив плитка. Унинг ичига конденсор линза ва буриш призмалари жойлаштирилган.

2-окуляр. У5X ,6X, 8X,15X ва 20X марта катталаштиришга имкон беради;



6-расм. МИН-8 маркали поляризацион микроскопнинг кўриниши.

3- тубус. У тутгичнинг юқори қисмига кўзғалмас қилиб маҳкамланади. Тубус ўйифига анализатор ёки бошқа компенсаторлар мосламаси ўрнатилган

4- опак-илюминатор ОП-12 ни ўрнатиш салазкаси. Бу ўз навбатида микроскопда қайтган нурлар ёрдамида ҳам ишлашга имкон беради.

5- қия монокуляр мослама. Предмет столчасини доимо горизантал ҳолатда сақлаб объектни кузатиш учун хизмат қиласди;

6- цилиндр шаклидаги металл труба. Унда кўриш учун катталаштириб берувчи система-окуляр ўрнатилган;

7- предмет столчаси. Унинг устига текширилаётган обьект ўрнатилган бўлади. Предмет столчаси кронштейнга ўрнатилган бўлиб, катта тишли сил-житиш механизми ёрдамида юқорига-пастга харакатланади;

8- конденсор. У ўрнатилиши ёки олиб кўйилиши мумкин;

9- силжитиш механизми. Унинг ёрдамида предмет столчаси юқорига-пастга харакатлантирилади;

10-харакатлантирувчи дасталар. Улар микроскоп асосининг икки томонидаги механизмина харакатлантирадилар;

11- опак-илюминатор ОП-12. У тубуснинг пастки қисмида жойлашган;

12- микроскоп дастаги;

13- марказлаш винтлари. Унинг ёрдамида ёритиш системасининг ҳолати ўзгартирилади;

14- линза ёритиш системасидан ташқарига чиқарилган даста;

15- диск. У анализаторнинг устига интерференцион ёруғлик фильтри сифатида ўрнатилган;

16- обьектив. У 3X, 8X, 20X, 40X ва 60X ва 90X марта катталаштириши таъминлайди.

Нур синдириш кўрсатгичи кўпинча иммерсион суюқлик ёрдамида аниқланади. У текширилаётган обьект ва муҳит (суюқ ёки қаттиқ)нинг нур синдириш кўрсатгичини таққослашга асосланган. МИН-8 каби поляризацион микроскоплар билан бир қаторда илмий-тадиқот ишларини олиб боришда металлографик микроскоплар ҳам кенг кўлланилади.

Микроскопларнинг катталаштириш даражасини таъминловчи мосламалар. Улар қаторига обьектив (объектни катталаштирувчи линза, ёки бир нечта линзалардан ташкил топган муракаб оптик система) ва окуляр (кўриш учун катталаштириб берувчи

система, у цилиндр шаклидаги металл трубага ўрнатилган иккита линзадан ташкил топган) ларнинг тўплами киради. Объектнинг катталаштириш даражаси қуйидаги 1-жадвалда келтирилади.

1-жадвал

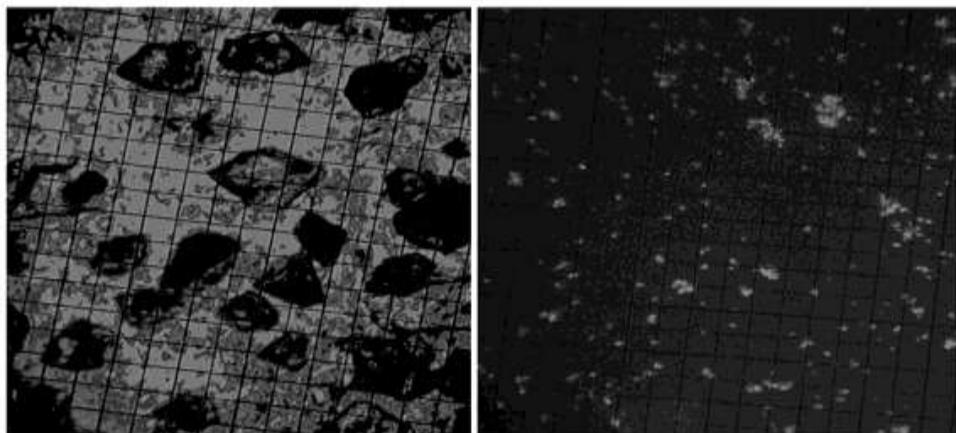
Объектнинг катталаштириш даражаси

| Объектив | Окуляр ва катталаштириш | | | | | | |
|-----------------|-------------------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| | 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 |

Микрофотография намуналари.

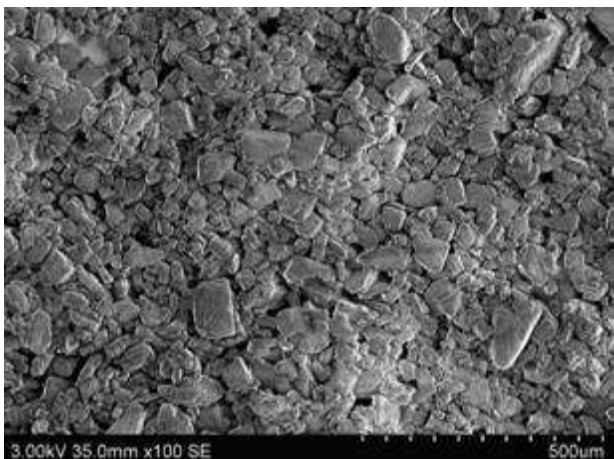
Микрофотография усули орқали тасвир хужжат мақомини олади. Шунинг учун магистрлик, номзодлик ва докторлик диссертация ишлари олиб боришида, солиштириш эталонлари ясашида ва корхона маҳсулотлари сифатини тасвир орқали белгилашда ишлатишида у бебаходир.

Барча микроскопларга фотоаппаратлар ўрнатиш мумкин. Тасвир кайтган ва ўтувчан нур асосида пайдо бўлиши ва олиниши мумкин. Қуйидаги расмларда ўзига хос кристалларнинг микрофотосуратлари берилган.



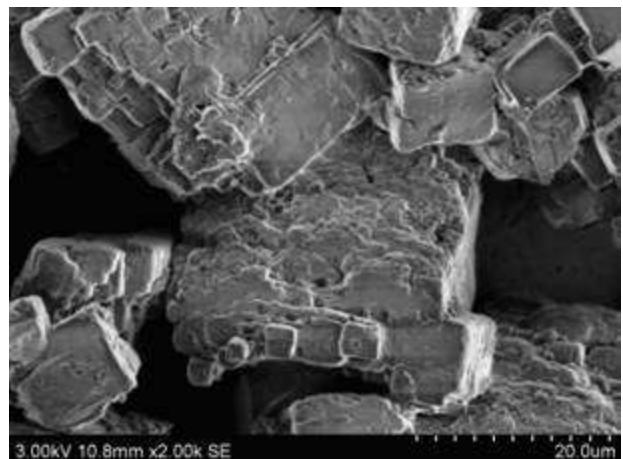
10-Расм. Цементнинг майдалик даражасини текшириш (1 клетка – 30 мкмни ташкил этади. Чап тарафда – шарли тегиронда майдаланган цемент, ўнг тарафда янги РИМ-500 тегирмонида). РИМ-500 ускунасида майдаланган цемент кукуни активлиги юқори кўрсаткичларга эга.

Ўғит сифатида кенг кўлланиладиган флотацион усулда олинган KCl да 90% гачан майда заррачали фойдали компонент, ундан ташқари 0,013% (130 г/т) амин RNH₃Cl борлиги аниқланган. Ўғитни гранулулаш масаласи анча мураккаб хисобланади, чунки амин гидрофоб хусусиятга эга. Биринчи ўринда “Уралкалий” корхонасида ишлаб чиқариган KCl ни микроскопик усули ёрдамида ўрганилди – 11-расм А- оптик микроскоп «Axio Imager» («Carl Zeiss» фирмаси) ва 11-расм-Б электрон- сканерли микроскопе «S-3400N» («Хитачи» фирмаси). Расм А дан кўриниб турибдики минерал доначалари нотуғри шаклида (хўлланишини қийинлаштиради).

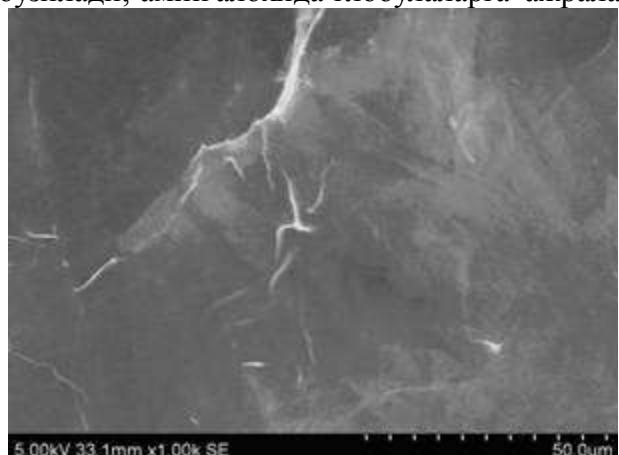


11-Расм. А. 100Х катталаштирилган калий хлориди чанги минералларининг расми.

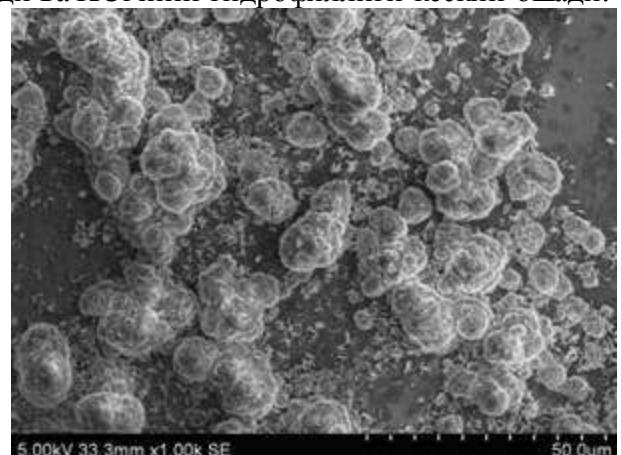
Гидрофоб аминнинг микроскопик усулда ўрганилганда – 12-расм А – унинг юзаси силлиқ қатламни хосил қилиши аниqlанди, калий хлоридни натрий метасиликати билан ишланганда – 12-расм Б - амин у билан реакцияга киришади ва аминнинг қатлами бузилади, амин алохига глобулаларга ажралади ва KCl нинг гидрофиллиги кескин ошади.



11-Расм Б. - 2000Х катталаштирилган калий хлориди чанги минералларининг расми.

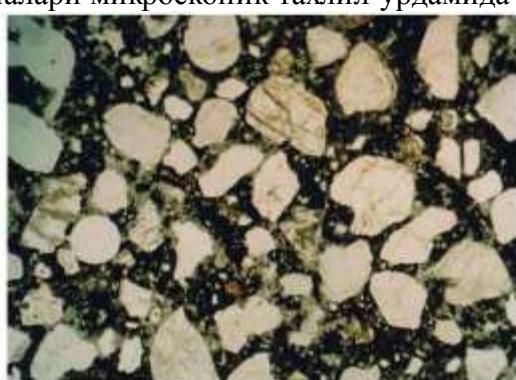


12-Расм А. – Тоза аминнинг микрофотографияси T=25°C (СЭМ, 1000Х катталаштириш)



12-Расм Б. – Амин қатламини натрий метасиликати билан ишланганидан сўнг микрофотографияси T=25°C (СЭМ, 1000Х катталаштириш)

Магнезиал цемент асосида олинган цементнинг микроскопик усулда ўрганиш. Каустик магнезит (боғловчи модда):қум (тўлдиргич)=1:3 миқдорида қўшилган цемент намуналари микроскопик тахлил ўрдамида ўрганиш натижалари 13-расмда келтирилган.



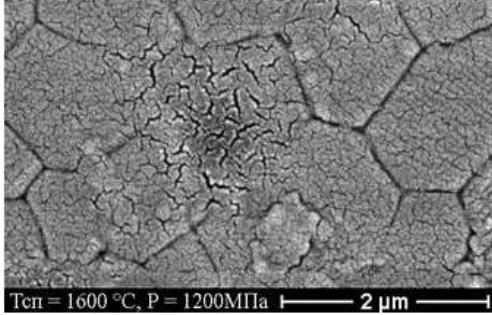
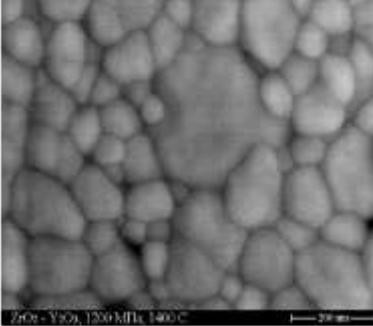
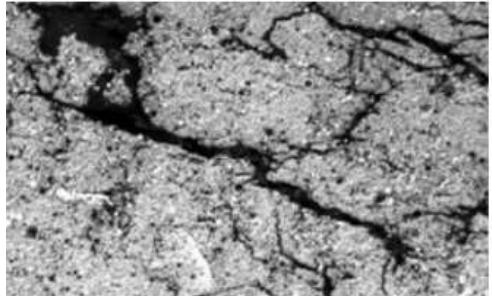
13-Расм А. Цемент плиткасини микрорасмлари – қора рангдаги асосий масса – магнезиал цемент, йирик донали оқ рангли заррачалар – дала шпатлари, слюдалар таркибида тутган қум



13-Расм Б . Цемент плиткасини микрорасмлари – қора рангдаги асосий масса – магнезиал цемент, йирик донали оқ рангли заррачалар – дала шпатлари, слюдалар

минераллари. катталаштириш даражаси 25^x.
Үтқазувчи нур, николлар параллел холда.

Цирконли техник керамика нуманалири микрокопик тахлили ёрдамида ўрганиш (14-расм):

| | |
|---|---|
|  $T_{\text{сп}} = 1600 \text{ }^{\circ}\text{C}, P = 1200 \text{ MPa}$ 2 μm |  $ZrO_2 + Y_2O_3, 1200 \text{ MPa}, 1400 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 2 μm |
| <p>14-Расм А. 1600 °Сда синтез қилинган керамик намуналарни электрон микроскопик расмлари. (ЭВМ-100 электрон микроскопи)</p> | <p>14-Расм Б. 1400 °Сда синтез қилинган керамик намуналарни электрон микроскопик расмлари. (ЭВМ-100 электрон микроскопи)</p> |
|  1 мкм |  |
| <p>14-Расм -В. Ультрадисперс 80% ($ZrO_2 + 3\% Y_2O_3$) - 20% Al_2O_3 қуқуннинг микрорасмлари - заррачаларнинг ўчамларини аниqlашга имконият беради: 2 % монолит кристаллитлар - ўлчамлари 2...5 мкм; 30 % - зич сфероидлар - диаметри 0,1...1 мкм; 20 % бўшлиқ сфероидов, диаметри 0,2- 1,2 мкм; 48 % майдаг агломератлар.</p> | <p>14-Расм- Г. Цирконли керамик намуналарида 1600 °Сда ёриклар пайдо бўлиши намоён бўлади.</p> |

1. Электрон-микроскопик тахлилнинг назарий асослари.

Турли техника ва фан соҳаларида электрон-микроскопик тахлил услуи кенг қўйланилди. Юқори катталаштириш қобилиятига эга бўлганлиги сабабли (оддий микроскоплардан 100 баробар кучлироқ) электрон микроскоплар микрообъектларни структурасини атом-электрон қатламлари даражасида ўрганишга имконият беради. Электрон микроскоплар икки асосий турга бўлинади:

1. Ўтқазувчи электрон микроскоплар (просвечивающие - ПЭМ) – нур ўтқазиш натижасида намуналар ўрганилди.

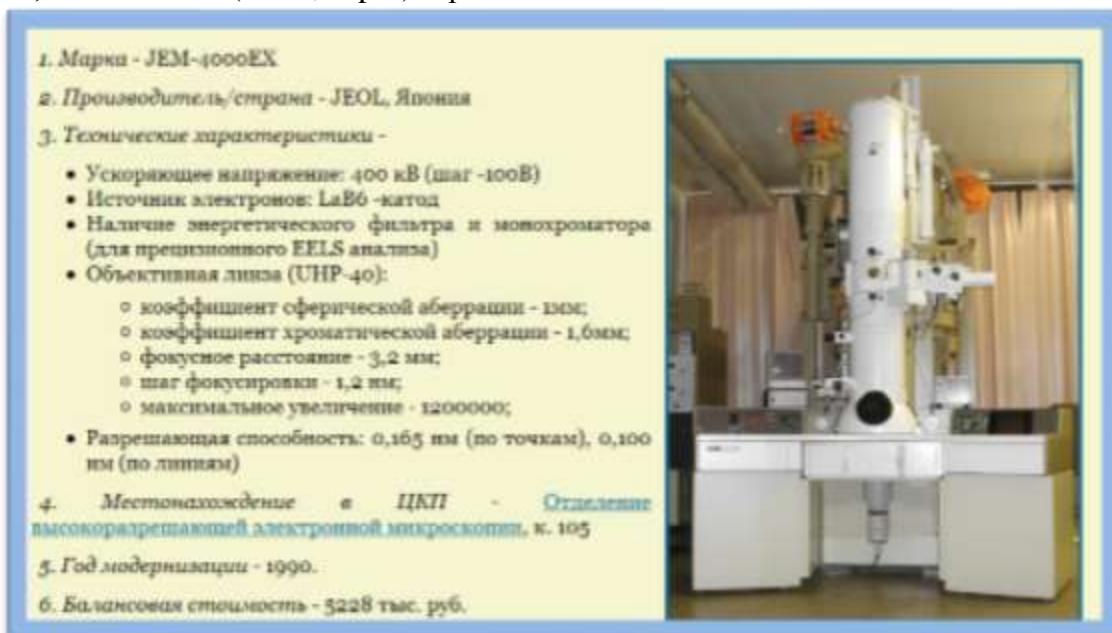
2. Растро нурли электрон микроскоплар (растровые РЭМ) – намунадан қайтган ёки иккиламчи электронлар ўрдамида.

Замонавий электрон микроскопик усууларга яна микродифракция ва электрон-зонд тахлили қиради.

Замонавий электрон микроскопик усуулари кимё маҳсулотларини ташкил этувчи минераллари ва агрегатларини нозик микроморфологиясини, материаллардаги турли

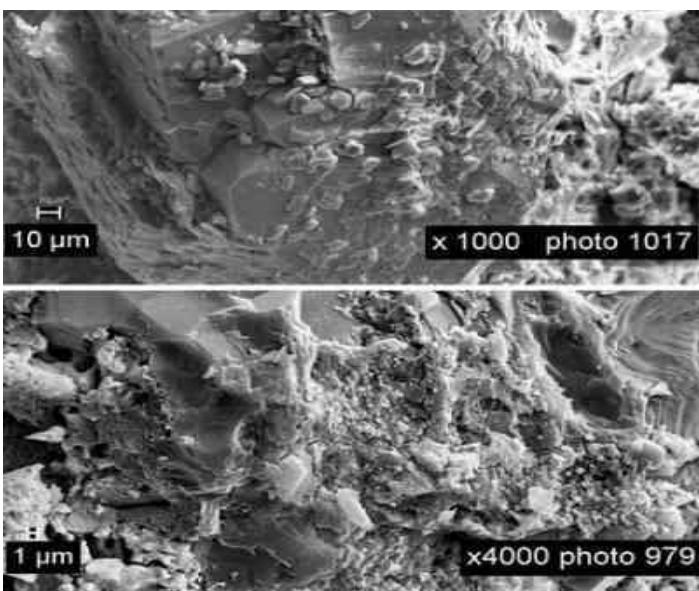
нуксон ва дислокацияларни, материал жинсларини бир хилмаслиги даражасини аниқлашда, турли фазаларнинг морфологик ва структура таркиби, кристалл панжаранинг периодикилиги ва нуксонларини ўрганишга имконият беради.

Электро микроскопнинг тузилиши оддий микроскопга ўхшаш бўлиб, у электрон пушка, магнит ёки электростатик турли фокусловчи линзалар тўплами, предмет столи билан намуна жойлаштириш камераси, флуоресценция экрани ва фотокамера, электр қуввати блоки ва вакуум системасидан иборат. Электро микроскоплар турлари - Ўтқазувчи электрон микроскоп BS-613 "Tesla", растро нурли электрон микроскоп S-405a "Hitachi", JEM-400EX (JEOL, Japan) – расм .

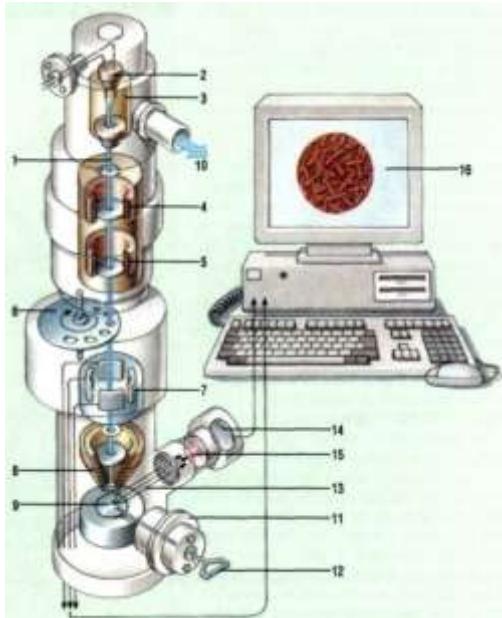


15-Расм. JEM-400EX (JEOL, Japan) электрон микроскопининг кўриниши ва техник кўрсаткичлари.

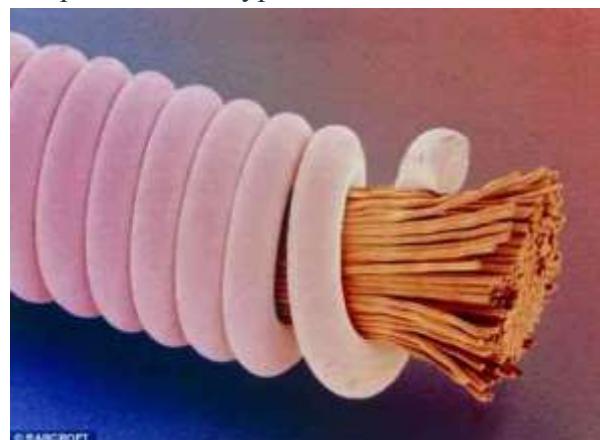
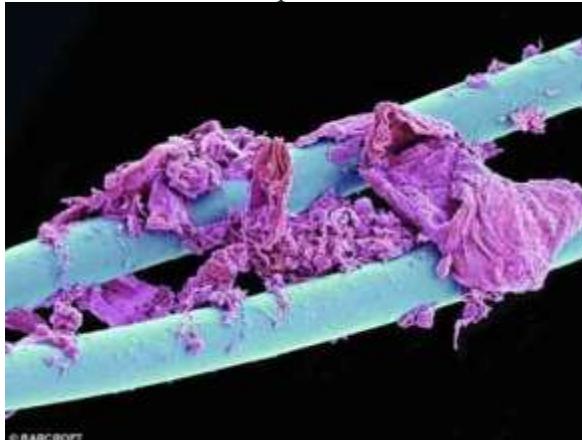
1. Электрон микроскоплар. Уларда катод нурларидан фойдаланиш орқали катта ютуқларга эришилди. Улар қаторига 1931 йили немис олимлари М.Кноллем ва Э.Руск томонидан яратилган электрон микроскопларида тортиб то хозирги замонавий интерференцион электрон микроскопларгача киради. Назарий жиҳатдан бундай микроскопларда 100 A° гача, амалий жиҳатдан эса 500-1000 A° бўлакча арни кўриш мумкин (20-22 расм).



16- расм . Электрон микроскопда олинган тасвир (Микроструктура материалов дольменов, электронный микроскоп: (photo 1017) - дольмен долины реки Пшада; (photo 979) - дольмен горы Некисис).



17- расм. Замонавий электрон микроскопнинг кўриниши.



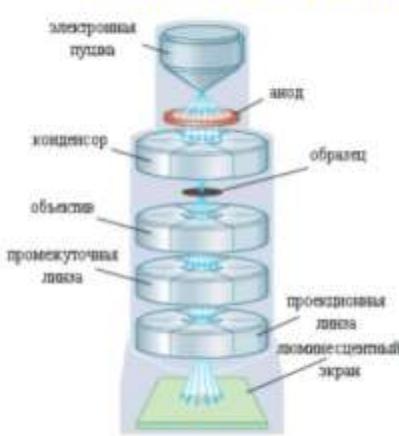
18- расм. Ип толаси ва гитаранинг илии электрон микроскопда кўриниши.

2. Растро нурли электрон микроскоплар. Улар қаторига растро нурли микроскоп, массив объектларни тадқиқот қилишга мўлжалланган растро электрон микроскопи, кучланиши 150 кВ бўлган растро электрон микроскопи, катод-люминесцент объектларни текширувчи растро электрон микроскопи, телевизион тасвирили ультра товушли микроскоп ва бошқалар киради.

3. Рентген микроскопияси ва микрозонд тахлили. Рентген проекцияли микроскоп, рентгенли топография, электрон-зондли рентген микроанализатори (19 расмлар), ион-зондли масс-спектрал микроанализатор ва бошқалар бу гурухга киради.

Современные методы и аппараты рентгенографического анализа. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ).

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) *Transmission electron microscopy (TEM)*



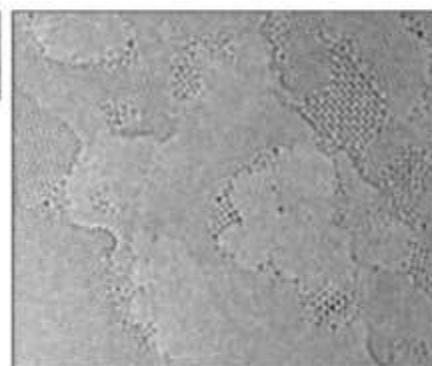
Электроны эмитируются в электронном микроскопе посредством термоэлектронной эмиссии из нити накаливания (например, вольфрамовая проволока) либо посредством пленевой эмиссии. Затем электроны ускоряются высокой разностью потенциалов (от 100 кВ до 3 МВ) и фокусируются на образце электромагнитными или электростатическими линзами. Прошедший через образец луч содержит информацию об электронной плотности, фазе и периодичности, которые используются при формировании изображения.

Просвечивающие микроскопы с коррекцией сферических aberrаций
(примеры использования – А.Л. Чувилин, Ulm University, Germany)

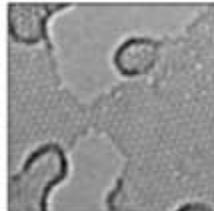
(Dy@C₈₂)@SWNT



Ag @Graphene



Graphene

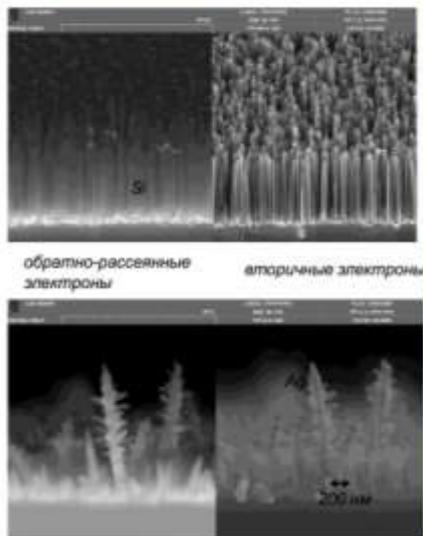


Сканирующая (растровая) электронная микроскопия (СЭМ, РЭМ), Scanning electron microscopy (SEM)

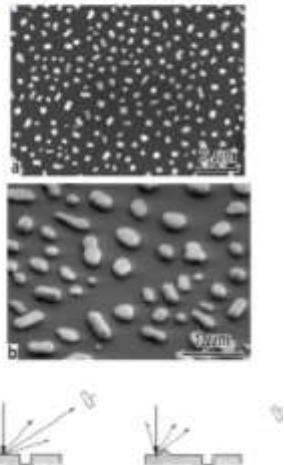


Примеры использования СЭМ

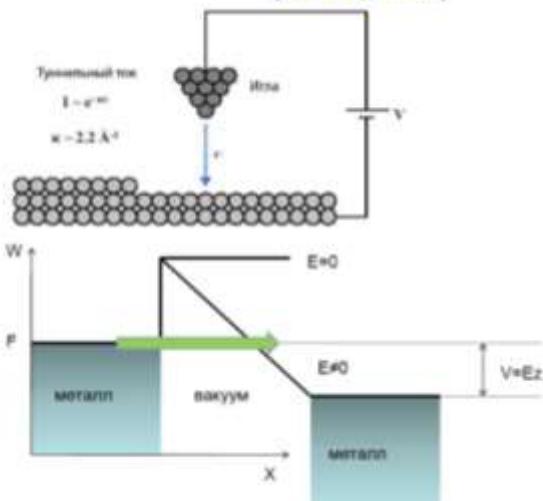
Ag/Si «nano-трава»



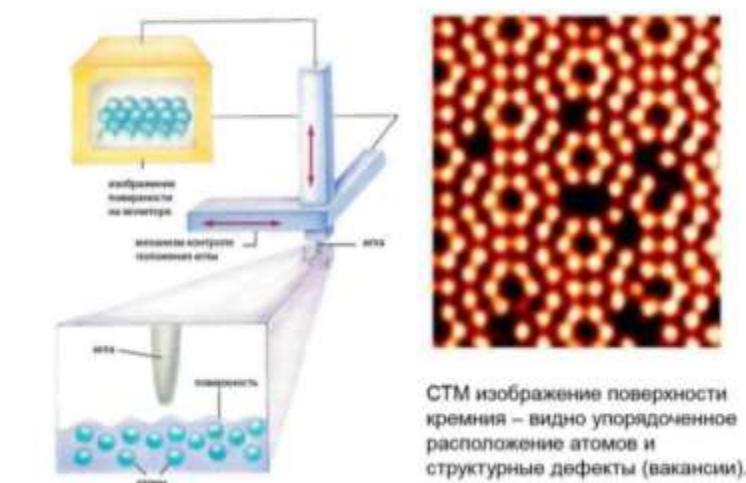
Остриковая пленка золота (Au), измеренная при нормальном (а) и наклонном (б) падении электронного луча



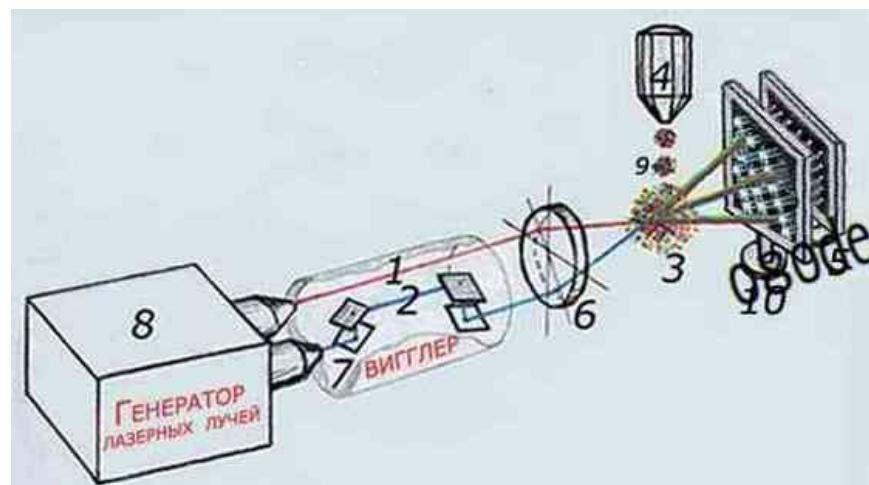
Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ, STM)



Пример использования СТМ

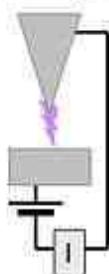


СТМ изображение поверхности кремния – видно упорядоченное расположение атомов и структурные дефекты (ваканси).



Scanning Probe Microscopy (SPM)

Scanning Tunneling Microscopy (STM)

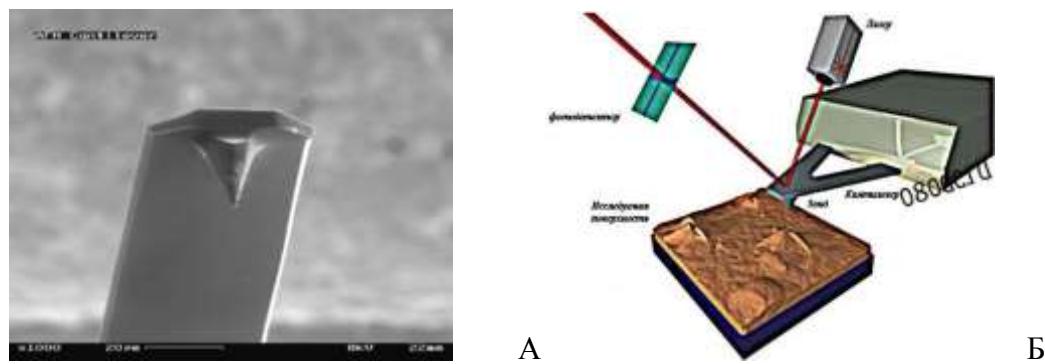


Atomic Force Microscopy (AFM)



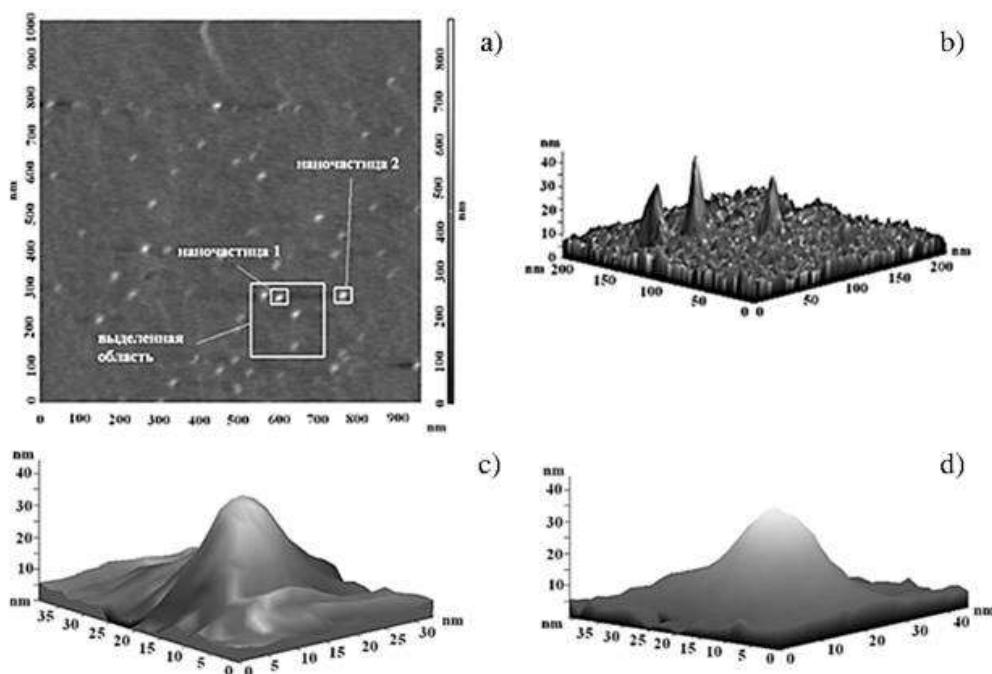
Scanning Near-field Optical Microscopy (SNOM)





23 расм. Микро -зонднинг кўриниши (А) ва ишлаш принципи (Б).

Микрозонд таҳлили материал юзасини ва уни ташкил этувчи элементларни, кимёвий бирималарни аниқлашга имконият беради. Мисол тариқасида 24расмда келтирилган кварц қумидан олинган техник SiO_2 ни микрозонд билан текшириш натижалари келтирилган.



24-расм. Аморф SiO_2 (кварц қумидан олинган) юзаси: а) нанозаррачаларнинг гурухларини 2D текислиқда кўриниши; б) нанозаррачаларнинг гурухларини 3D текислиқда кўриниши; с), д) 1 ва 2-нанозаррачаларнинг 3D текислиқда кўриниши. (Атом-кучланиши элекtron микрозонди SOLVER P47).

Мавзу бўйича назорат саволлар.

- 1.Микроскоп термини нимани англатади?
- 2.Таҳлилда аниқланадиган асосий хусусиятлар – нур синдириш кўрсатгичи ва бошқалар қандай изоҳланади?
- 4.Минераллар, хом-ашъёлар, ярим маҳсулотлар ва тайёр маҳсулотларнинг оптик хусусиятлари қандай асбоблар ёрдамида аниқланади?
- 5.Кристаллооптика усулида табиий ва сунъий кимёвий бирималар, хом-ашъё, материал ва буюмлар, минерал ва композицияларнинг оптик кўрсатгич-лари қандай қонунларга бўйсинади ва аниқланади?
- 6.Микроскопнинг қандай турларини санаб бера оласиз?
- 7.Микроскоплар учун қандай мосламалар мавжуд?
- 8.МИН-8 маркали поляризацион микроскопининг асосий деталлари номини айтиб беринг.

- 9.Микроскопия препаратларини тайёрлаш усулинин келтиринг.
- 10.Корхона шароитида маҳсулотлар сифатини назорат қилишда микроско пия усулидан фойдаланиш мумкинми?
- 11.Усулдан фойдаланишнинг имкониятларига оид маълумотларни келтиринг.
- 12.Усулнинг афзалиги ва камчиликлари ҳақида қандай фикрдасиз?

1-Мавзуга оид таянч сўз ва иборалар.

Физик-кимёвий тахлил бу - тайёр маҳсулот олиш учун ишлаб чиқариш жараёнларида кўлланиладиган усул ва методлар мажмuinи тўла таъминловчи ва шу билан бирга технологик жараёнларнинг турли босқичларидаги назоратни ҳам ўз ичига олган кимёвий, физик-кимёвий ва физиковий усуллар йиғиндиси.

Фотокалориметрик усул - компонентларни аниқловчи фотокалориметрик усул эритмадан ўтадиган интенсив нурни камайиши даражасини моддадаги бўялган комплекс кўринишида аниқлашга асосланган.

Оптика усуллари. Бу группага умумий номи кристаллооптика деб аталувчи иммерсион тахлил, металлографик тахлил, монокристаллар тахлили кирган бўлиб, улар маҳсус оптика асбоблари - поляризацион ва металлографик микроскоплар орқали олиб борилади.

Кимёвий ишлаб чиқариш маҳсулотларини физик-кимёвий тахлилининг асосий усуллари - микроскопия; электрон микроскопия; рентгенография; термография; ИК спектроскопия; ядро магнит резонанси (ЯМР); электрон парамагнит резонанси (ЭПР); электронография; хромотография; магнетохимия; изотропия; кимёвий анализ; спектрал анализ; бошқа усуллар.

Микроскопик усул - илмий-текшириш ишлари олиб боришида микроскопни кўллаш ва микроскопик препаратлар ёрдамида жуда кичик, майда, факат микроскоп билангина кўринадиган заарачаларнинг специфик хосса-хусусиятларини аниқлашга қаратилган усуллар. У аниқ кимёвий методлардан фойдаланиб, жуда оз миқдордаги моддаларни анализ қилиш имконини беради.

Микроскоп - майда объексларни кўрсатувчи асбоб.

Кристаллооптика усули - табиий ва сунъий кимёвий бирикмалар, хом-ашъё, материал ва буюмлар, минерал ва композицияларнинг оптик кўрсатгичларини уларнинг кристалл шакллари, таркиби ва симметрия қонуниятиларига боғлиқ холда ўрганувчи фан.

Катталашибирувчи мосламалар – микроскопларда объектив ва окуляр орқали бажарилади. Катталашибиреш даражаси - 17,5 X дан то 1350 X гача.

Нур поляризацияси – бир текис поляризацияланган нурларни хосил қилувчи ва микроскопик столчаси остатдаги поляризатор орқали бажарилади.

Нур синдириш кўрсаткичи (п ёки N)- Снеллиус ва Ньютон текширишлари бўйича нур тушиш бурчаги синусининг нур синиш бурчаги синуси нисбатига айтилади. У биринчи мухитдаги ёруғлик тезлигининг иккинчи мухитдаги ёруғлик тезлиги нисбатига тенг.

Симметрия элементлари - симметрия ўқлари, симметрия текислиги, симметрия маркази ёки инверсия.

Габитус – кристалларни ташки кўриниши бир-биридан тузилишига кўра фарқланади.

ФОЙДАЛАНИЛГАН АДАБИЁТЛАР РЎЙХАТИ

1. Исматов А.А. Силикат ва зўргасуолувчан материаллар физик - кимёвий тахлилини замонавий усуллари. – Тошкент: Фан ва технология, 2006. -268 б.
2. Вегман Е.Ф., Руфанов Ю.Г., Федорченко И.Н. Кристаллография, минералогия, петрография и рентгенография. – М.: Металлургия, 1990.– 262 с.
3. Минералогическая энциклопедия. – Л.: Недра, 1985.-512с.
4. Минералогический справочник технologа – обогатителя. –Л.: Недра, 1985.-264с.

5. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. – М.: Металлургия, 1982.-632с.
6. Азимов Ш.Ю., Тожиев Ф.Х. Анорганик моддаларнинг физика - химиявий анализи. -Тошкент: Ўқитувчи, 1977.-132 б.
7. Козлова О.Г. Морфолого – генетический анализ кристаллов. – М.: МГУ, 1991. – 223 с.
8. Винчелл А.Н., Винчелл Г. Оптические свойства искусственных минералов. – М.: Мир, 1967.-526 с.
9. Хамробоев И.Х, Ражабов Ф.Ш. Петрография асослари. -Тошкент: Ўқитувчи, 1984.- 184 б.

2-мавзу. Инфрақизил спектроскопик тахлил, замонавий жихозлари.

Режа:

1. Инфрақизил спектроскопик тахлил, физикавий асоси.
2. Моддаларнинг инфрақизил спектрлари.
3. Инфрақизил нурларни ютиш ва қайтариш спектрлари билан модда таркибидаги комплекс группа ва радикаллар тузилиши орасидаги назарий боғлиқлик.
4. Усулнинг амалиётда кулланиши имкониятлари.
5. Усулнинг афзалиги ва камчилиги.
6. Спектр аппаратлари-асбоблари, конструкциялари.

Таянч сўз ва иборалар: инфрақизил, спектр, спектрофотометр, нурланиш, ютилиш, қайтариш, валент тебранишлар, кимёвий боғ.

Инфрақизил нурларининг табиати. ИК нурланиш биринчи марта 1800 йилда инглиз олими Уильям Гершель томонидан очилган. У термометрни куёш спектри бўйлаб харакат қилдирганда 0.86 мкм дан юқорироқда симоб столбининг юқорилаб кетганлигини аниqlаган. Бу ҳодиса рўй берган область инфрақизил нурланишнинг пастки чегараси эди холос. «Инфрақизил» термини Стокс томонидан 1852 йили киритилган «ультрабинафша» терминидан фарқли равишда Беккерель томонидан 1869 йили киритилади.

1834 йили Меллона томонидан ўтказилган тадқиқотлар натижасида инфрақизил нурларининг қайтарилиш ва синиш табиати ёруғлик нурларининг табиатига ўхшаш эканлиги тасдиқланди. Бундан бироз кейинроқ Ампер ва Кноблаух томонидан янги қашф этилган нурларининг тарқалиши, қайтари-лиши, поляризация ва интерференцияси худди ёруғлик нурларидек кечиши, аммо улардан тўлкин узунлигининг катталиги билан фарқланиши исботланди.

Инфрақизил нурланиш спектрининг юқори чегарасига етиб бориш узоқ давом этган тадқиқотлар натижасида рўй берди. Бунинг учун жуда кўп нурланиш манбаалари текширилди, турли материаллардан ясалган призмалар ўрганилди. Натижада бу ракам 350 мкм атрофида бўлиб, у радиотўлқинлари билан чегарадош эканлиги тасдиқ топди.

Маълумки, электромагнит майдон билан муҳитнинг ўзаро таъсири нурланиш тўлқин узунликларида кучли тарзда ўзгаради. Масалан, ультрабинафша нурланиш фотокимёвий таъсирга, рентген ва γ -нурланиш- катта сингиш (кириб кетиш) хусусиятига эга. ИК нурланиш фақат молекула ёки молекуладаги атомларнинг алоҳида группалари билан мулоқотда бўлади, ҳамда моддадаги кучсиз боғланган ёки “озод” ташувчи зарядлар билан ўзаро таъсирлашади.

Юқоридагиларга асосланган ҳолда ИКС усули асосида турли силикат тва қийин эрийдиган мода ва материалларнинг хоссаларини аниқлаш, нур ютилиши ёки нур қайтиши полосаларининг аниқ характеристикасини бериш устида ишлар олиб борилди. Характерли полосалар группаларнинг энергетик ўзгаришида тебранма ёки айланма даражадаги энергия ҳамда электронларнинг қузатилган ҳолатидаги валент ўзгаришига боғлиқлиги аниқланди.

ИК нурланиш- бу 0,76 дан 1000 мк гача тўлқин узунлигидаги (ёки тўлқин сонлари $13160 \cdot 10 \text{ см}^{-1}$) электромагнит нурланиш бўлиб - ёруғлик спектрлари (0,40 - 0,76 мк) ва радиотўлқинлар [$\lambda > 1 \text{ см}^{-1}$ (1000мк)] оралигидаги нурла-нишdir. Ҳозирги вақтда силикатларни ўрганища кўпинча ИК нурланишнинг 2 дан 25-40 мк гача бўлган областлари қўлланилади.

Нормал ИК нур оқими силлиқланган, ясси модда юзасига тушганда:

- а) ундан қайтади;
- б) модда заррачаларида ютилади ва ёйилади;
- в) нур ўтказади.

ИК нурларини қайтариш спектрлари қуйидаги формула орқали топилади:

$$I_\rho = \rho \cdot I_0,$$

бу ерда, I_ρ - қайтган нурлар оқими;

ρ - модданинг нур қайтариш коэффициенти;

I_0 - модда юзасига тушаётган нормал нур оқими;

ИК нурларнинг ўтқазиш спектрлари қуйидагича топилади:

$$I = (1 - \rho^2) I_0 \cdot e^{-kt},$$

бу ерда, k - модданинг нур ютиш коэффициенти;

t - нур ютаётган қаватнинг қалинлиги

Нур қайтиш ва ўтқазиш спектрларининг қиймати қуйидагиларга боғлиқ:

- 1) нур ютиш коэффициенти k , нур қайтариш коэффициенти ρ ва модда-нинг нур синдириш кўрсаткичи n га;
- 2) кристалл панжара сингонияларига;

3) структураларнинг массалар ва ион радиусларига, бунда масса қанча кўп бўлса, бир сингония кристаллари нур ютишининг асосий полосалари шунча кўп узун тўлқинли област тарафига силжийди;

4) панжарадаги изоморф қўшилмалар ва бошқа факторларга.

2. Моддаларнинг инфрақизил спектрлари.

ИК областида нур ютилиши асосан ИК нурланиш таъсирида модда молекулалари ёки ионларининг айланма ва тебранма ҳаракатини ўзгариши, баъзан уларнинг электрон қобиғларини деформацияга учраши билан характерланади.

Энг кўп ИК нурининг ютиши кристалл панжара ва унинг компонентлари (молекула, ионлар)нинг тебраниш частоталарига амалий жихатдан мос келади. Бу тебранишларнинг ҳаракети ва частоталари модданинг табиатига, молекулалари (ионлари)ни жойлашишига, улар орасидаги масофа ва бошқаларга боғлиқ.

Валент боғлар бўйича содир бўладиган тебранишлар валент тебранишлари, уларга перпендикуляр бўлганлари эса деформацион тебранишлар дейилади.

ИК нурларни ютиш спектрлари ёрдамида тузилишни ўрганиш ва текшириш усулларидан келиб чиқсан ҳолда қаттиқ моддалар икки синфга бўлинади:

1) Бир тартибли мураккаб бўлмаган группа компонентлари (ионлари, молекулалари) орасидаги масофа ва энергияга боғлиқ бўлган кристалл модданинг ИК нурларни ютиш спектрлари.

Масалан, кубик сингонияга эга кристаллар (Шефер, Матосси, 1935 й.) ўзининг биттадан тебраниш частотасига эга. Улар массасининг тебранувчи атомлари массаси қанча кўп бўлса, бу полоса шунча узун тўлқинли областда сурилган бўлади:

$$\text{MgO } \lambda = 14,2 \text{ мк (} 704 \text{ см}^{-1} \text{)} \quad \text{KCl} = 63 \text{ мк (} 159 \text{ см}^{-1} \text{)}$$

$$\text{CaO } \lambda = 22 \text{ мк (} 455 \text{ см}^{-1} \text{)} \quad \text{NaCl} = 52 \text{ мк (} 192 \text{ см}^{-1} \text{)}$$

Кубик сингонияга эга бўлган кристалларнинг бир қанчасида битта ўрнига иккита максимумли нур ютиш полосалари мавжуд (масалан, NaCl учун иккинчи нур ютилиш $\lambda=39$ мк га мос келади (Лекопт, 1958 й.). Бу факат шартли равишда Борннинг кристаллодинамик назариясининг тахмини бўйича - панжаранинг қўшимча тебранишлари, қўшини элементар ячейкаларнинг атомлари эквивалент ҳолатда қарши фазада тебраниши орқали тушунтирилади. Бундай тебранишлар сони катта бўлиши мумкин. Масалан, юқори панжарали кварц учун назарий жихатдан 189 тебраниш бўлиши мумкинлигини кўриш мумкин.

2) Ички кучларининг боғланиши группалараро боғланишга нисбатан кучли бўлган, ўзининг структурасида мураккаб груплага (ионлар, молекулалар) эга бўлган кристалл моддаларнинг ИК нур ютиш спектрлари.

Агар панжарада анион ва катионлар комплекси ёки группа атомлари ўзаро мустахкам боғланган бўлса, интерпретация ва тебранишлар хисоби ёки уларга мос келувчи нур ютиш полосаларини аниқлаш ва модданинг тузилишини ИҚ спектрлар орқали ўрганиш жуда осон бўлади. Бу группаларни (масалан, $[SiO_4]^{4-}$) етарли даражада изолировка қилинган ва уларни катта бўлмаган атомлар сонидан ташкил топган молекула деб қараш мумкин.

Мураккаб группадан ташкил топган моддаларни тебранишини:

- а) ички тебраниш, яъни комплекс группа атомларининг ички тебраниши;
- б) ташқи тебраниш, яъни бошқа группа ёки атомларига нисбатан ком-плекс группа тебраниши.

2 чи синф қаттиқ моддаларнинг тузилишини аҳамиятига кўра амалий жиҳатдан ИҚ нур ютиш спектрлари ўртасидаги боғланиши қуйидагича белгиланади:

- 1) нур ютиш полосасининг сони группа симметрияси ва атомлари сонига боғлиқ;
- 2) группаларнинг нур ютиш полосалари ва уларнинг силжишлари хамда бошқа группалар (ёки катионлар ва нейтрал заррачалар) ва бир хил группа-ларнинг ўзаро жойлашишига боғлиқ.

Группаларнинг маълум даражада қонуний жойлашиши масаласига келсақ, масалан бир турли сингония кристаллари учун, текширилаётган мураккаб группанинг нур ютиш полосаси ҳолати кўшни группа ўлчамлари ва массаси билан аниқланади. Бу ҳолат модданинг инденификацияси ёки модда синфини (масалан, кислота, альдегидларнинг тузи, катионлар ва бошқалар) аниқлаш учун асос бўлиб хизмат қиласди.

Баъзи минераллар (доломит, людвигит, гранат, хлорит) учун ИҚ нур ютиш полосаси изоморф группалар ҳолатига тўғри пропорционал равишда силжиши топилган (Архипенко, 1963 й.; Александров, 1965 й.; Ковалев ва бошқалар, 1965 й.). Бу шуни билдирадики, изоморф группа (ион) текширилаётган группа нур ютиш полосасини силжишини юзага келтиради. Минералнинг механик кўшилмалари эса текширилаётган модданинг нур ютиш полосаси ҳолатида ўзгаришлар содир этмайди. Кўринишидан нур ютиш спектри бўйича моддадаги компонентларнинг шаклини чиқиши ва полосанинг силжиш катталиги бўйича изоморф кўшимчалар сонини аниқлаш имконини беради.

Модданинг кристаллигини ИҚ нур ютиш спектрларига таъсири, баъзи группаларнинг нур ютиш полосаларини сони ва парчаланиши билан ифодаланади, чунки парчаланиш тавсифи кристалл панжара типи билан аниқланади. Аморф моддаларда парчаланиш полосаси кузатилмайди.

Кристалл ва аморф моддаларда группа (ион, нейтрал заррача)нинг ўзгариши (изоморфлигиги)ни текширилаётган группанинг нур ютиш полосасини бироз силжишига

олиб келади. Бунда кўпинча ҳар бир полосанинг парчаланиш характеристи сақланади. Баъзан полосанинг интенсивлик нисбати ўзгаради.

Масалан, ютилиш полосалари тааълуқли: силикатлар ва SiO_4 га- 1100-900, 830-740 ва 500-400 cm^{-1} ; боратлар, BO_3 ва BO_4 ларига- 1300-1150, 1050-900 ва 780-660 cm^{-1} ; фосфатлар ва PO_4 га-1100-1000,830-780 ва 650-500 cm^{-1} ; арсенат- лар ва AsO_4 га – 900-780, 550-400 ва 350 cm^{-1} ;сульфатлар ва SO_4 га-1250-1000,650-610 ва 450 cm^{-1} ; карбонатлар ва CO_3 га-1450-1410,880-860 ва 740-680 cm^{-1} ;нитратлар ва NO_3 га-1380-1350 ва 840-815 cm^{-1} ; вольфраматлар ва WO_4 га- 930-810, 450-400 ва 320 cm^{-1} ; молибдатлар ва MoO_4 га – 950-810, 450-400 ва 320 cm^{-1} ; ванадатлар ва VO_4 га – 1150-730, 480-450 ва 350 cm^{-1} .

3. Тахлил имкониятлари.

Инфрақизилспектроскопик тахлилдан қуидагиларни текширишда фойдаланилади:

- а) кимёвий бирикмалар;
- б) минераллар;
- в) тупроқлар;
- г) қурилиш материаллари;
- д) силикат ҳом-ашъёлар ва бошқалар.

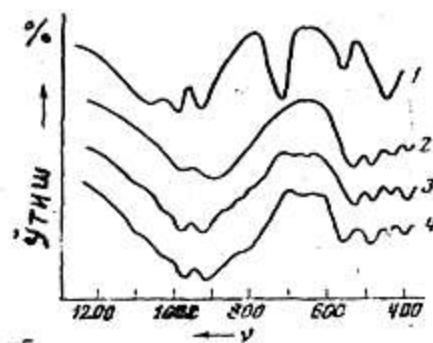
Текширишдан кузатилган мақсад:

- 1) Бирикма, минерални диагностика қилиш учун (сони, парчаланиши ва полосаларининг ҳолати бўйича);
- 2) Ярим миқдорий кимёвий таркиби аниқлаш учун
- 3) Кристалл ёки аморф моддаларнинг кристалланиш даражасини аниқлаш учун.
- 4) Моддадаги мураккаб группаларнинг тахлили
- 5) Моддаларнинг қиздириш ва бошқа турли реакцияларда ўзгариш жараёнини (янги модда пайдо бўлиши, фазалар аралашмаси, оралиқ маҳсулот-лар, диссоциация ва бошқалар) ўрганиш учун.
- 7) Минерал структурасидаги сувнинг ёки намликтининг шакли ва турини аниқлаш учун.
- 8) Структуранинг тартиблилиги ва тартибсизлилиги (тартибсизлик ҳолатида полосалар чўзилган ва интенсивлиги пасайган бўлади)ни аниқлаш учун.
- 9) Фазалар ёки қўшимчаларнинг миқдорини аниқлаш (жуда ҳам аниқ эмас) учун.
- 10) Полиморф ўзгаришларни ва нуқталарни ҳамда Кюри нуқталарини (сегнетоэлектрик- BaTiO_3) аниқлаш учун.
- 11) Кристалл фаза ёки шишани (масалан, оптик шишалар) бир тартиблилигини назорат этиш учун.

ИКС тахлил натижаларидан намуналар:



19-расм. Синтетик мелилитларнинг ИК нур ютиш спектрлари:
1- $\text{Ca}_2\text{SiAl}_2\text{O}_7$; 2- $\text{Sr}_2\text{SiAl}_2\text{O}_7$.



20-расм. Кристалларнинг ИК нур ютиш спектрлари:
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- $\text{Ca}_{16}\text{Nd}_8\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{72}$.

4. Инфракизил спектроскопия усули аппаратлари.

Бу усулда қўлланадиган жихозлар спектрометр ёки спектрофотометр деб аталади. Ушбу приборлар ёрдамида нур чиқиш интенсивлилиги ўлчанади ва улар детекторли қурилмага фокусировка қилинади. Диспергирлашган элемент-нинг турига қараб улар уч асосий классларга ажралади:

1. Призмали;
2. Дифракционли;
3. Комбинировкалашган призма-дифракционли.

Группа ёки радикалларга оид маълумотлар, катионларнинг анионлар билан берадиган валент тебранишларини аниклашда инфракизил спектроскопик тахлил яхши натижа беради. Инфракизил нурларни ютиш ва қайтариш спектрлари билан қаттиқ модда таркибидаги комплекс группалар ва радикаллар тузилиши орасида назарий боғлиқлик бор. Шу боғлиқлик текширилаётган модда билан этalon инфракизил спектрларини солишириш ва бошқа усуллар орқали амалга ошади.

Текшириш учун ускуналар. ИК нурларини ўтказиш, нур қайтарилиши ва нур ютиши спектрлари $0,76\div25$ мк тўлқинлари оралиғида маҳсус ИК спектро-фотометрларда олинади.



21 расм. Фурье-ИК спектрометри Bruker Vertex 70.

Хозирги кунда ИКС-12 (бир каналли, бир нурли), ИКС-14 ва ИКС-21 (икки каналли) жиҳозлари мавжуд.

Чет эл жиҳозларидан: UR лар, айниқса UR-20 (Германия) моделига оид Бекман спектрометрлари қўлланилади. Бу аппаратларининг ютуғи: 1) ёпиқ система; 2) частоталарни тез беради.

Мавжуд жиҳозларнинг ҳаммаси маълум текшириш диапазонига, кўпинча 1-2 мк ($10000\div5000 \text{ см}^{-1}$) дан 25-40 мк ($400\div250 \text{ см}^{-1}$)гача ва 50 мк дан 300 мк ва ундан каттароқ (200 см^{-1} ундан кичик)ларда ишлашга мослаштирилган.

Турли фирмаларнинг жиҳозлари бир-биридан ИК спектрларини аниқ тарзда бериши, ишининг стабиллиги, спектр олишдаги автоматик жараёнлари билан фарқ қиласди. Турли жиҳозларда олинган ИК спектрларни факат фотометр характеристикаси бир-хил бўлса ёки жиҳозий хатолар таъсири хисобга олинган бўлсагина таққослаш мумкин.

5. Услунинг афзаллиги ва камчиликлари.

Афзаллиги:

1. Текширув учун жуда оз микдорда (1-10 мг) модда олиш;
2. Қатлам қалинлиги бир неча микрондан иборат бўлиши;
3. Текширув учун олинган намунада йўқотишлар содир бўлмайди;

4. ИК нурланишдан текширилаётган моддада кимёвий ва физикавий ўзга-ришлар содир бўлмайди;
5. Маълум группалардаги атомларнинг жойлашиши, фазавий ҳолати ва умуман жуда нозик структура тахлилини олиб бориш имконияти;
6. Тажриба натижаларининг автоматик равища фотоқоғозга тушириш;
7. Тез парчаланиб кетувчи, ўзгарилишининг кичиклигидан кристаллооптик ва рентгенографияда тутиб бўлмайдиган баъзи номаълум кристалларни топиш;
8. Моддаларни ИК спектрининг ҳамма тўлқин узунлигига нур синдириш кўрсаткичини аниқлашга имкон беради;

Усулнинг камчиликлари:

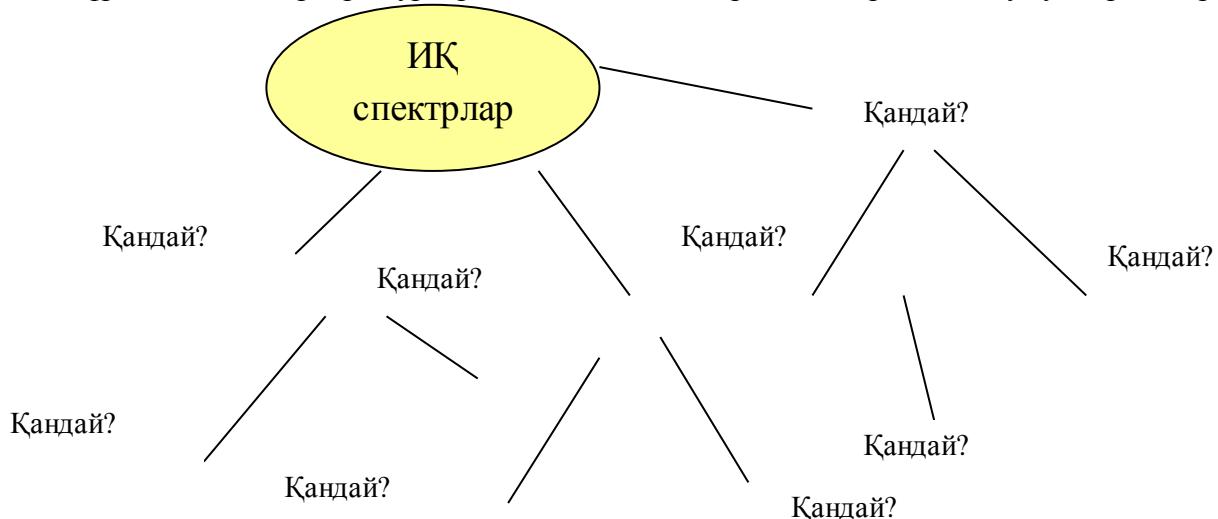
1. Жуда оз миқдордаги қўшимча (1-5 % дан кам) ва баъзи жуда ҳам кам группировкаларни намоён этмайди;
2. Микдорий анализ натижаларининг юқори даражада эмаслиги;
3. ИК нурларини қайтариш спектрларини олишни бироз кийинлиги;
4. Решетканинг ички тебранишлари билан анионлар тебраниши ўрта-сидаги боғлиқликни кўрсата била олиши;
5. Кристаллнинг майдон кучланишини характерловчи коэффициентлар тўпламини етарли даражада ишончли эмаслиги;
6. Қиймати жихатидан яқин ва изоморф ўзгарувчан атомларнинг тебра-ниш частоталарини иденификациясидаги қийинчилик.
7. Моддаларни механик майдалашда ва KBr билан таблеткалар прес-слашда структура ўзгариши эҳтимолдан ҳоли эмас. Яна текширилаётган модда кристалларининг KBr билан аралашиб кетиши;
8. Кукуннинг баъзи қисмларида нурланишининг ҳар хил ўтириши нати-жасида нур қайтариш ва ютилишида ноаниқ эфектларнинг пайдо бўлиши.

Мавзуга оид назорат саволлар.

1. ИК нури ким томонидан ва қачон кашф этилган?
2. Инфракизил нурларининг тўлқин узунлигини ўлчов бирликларида келтиринг.
3. ИК нурларини қайтариш ва ўтказиш миқдорлари қандай формулалар билан ифодаланади?
4. Моддаларнинг инфракизил спектрлари нима билан характерланади?
5. ИК нурларни ютиш, ўтказиш ва қайтариш спектрлари қандай ифодала-нади?
6. Нур ютиш полосалари ҳақида тушунча беринг.

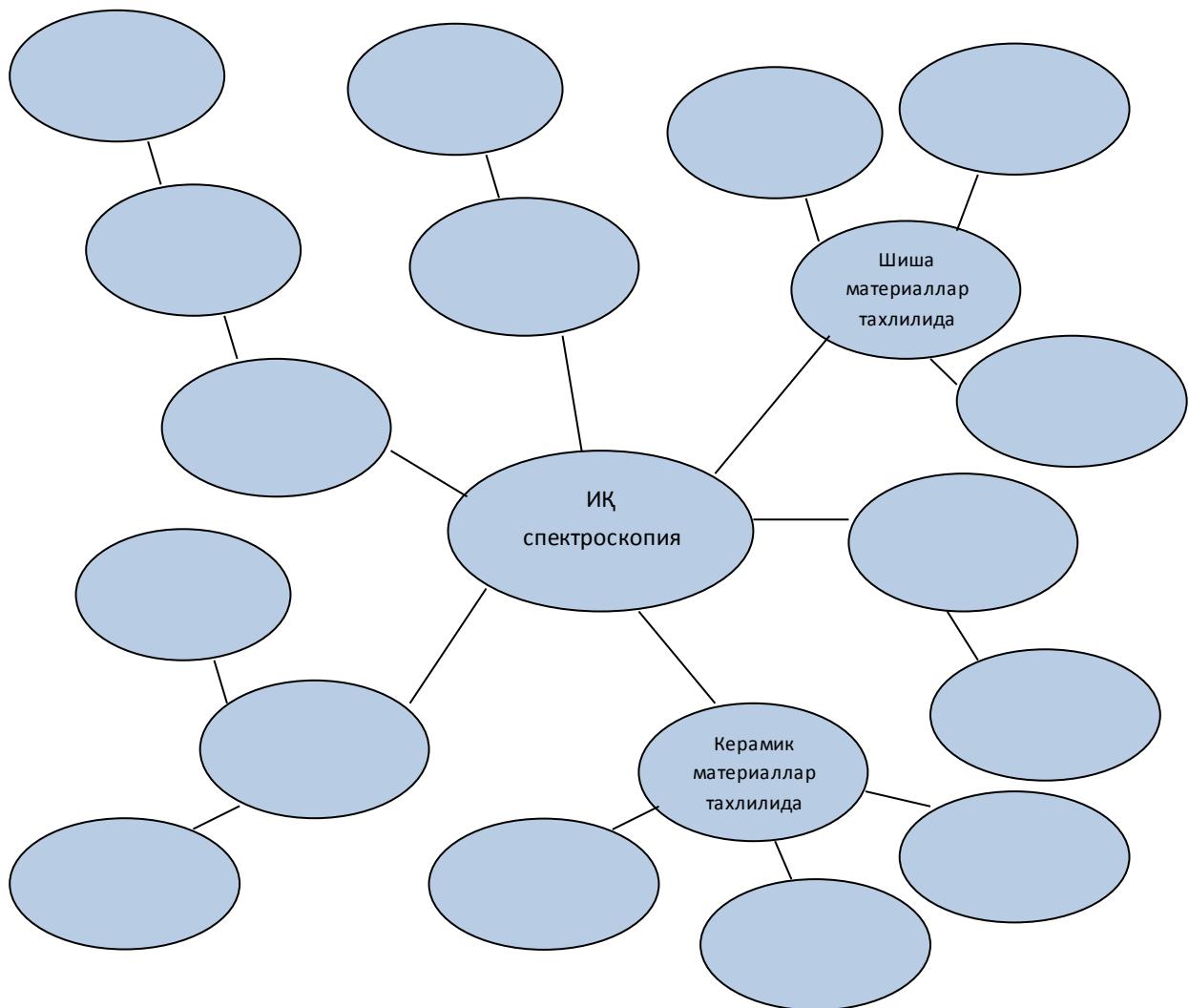
5-илова

“Инфрақизил спектрлар” турларини “Қандай?” диаграммаси ёрдамида түшүнтириб беринг.



6 илова

“Силикат ва қийин эрийдиган материалларнинг тахлил қилишда инфрақизил спектроскопия усулининг имкониятлари” мавзусига “Кластер” диаграммасини тузинг.



МАВЗУГА ОИД ТАЯНЧ СЎЗ ВА ИБОРАЛАР.

Инфрақизил нурланиш- бу 0,76 дан 1000 мк гача тўлкин узунлигидаги (ёки тўлкин сонлари $13160\text{-}10 \text{ см}^{-1}$) электромагнит нурланиш бўлиб - ёруғлик спектрлари ($0,40 - 0,76 \text{ мк}$) ва радиотўлкинлар [$\lambda > 1 \text{ см}^{-1}$ (1000мк)] оралиғидаги нурла-нишдир. Ҳозирги вактда силикатларни ўрганишда кўпинча ИК нурланишнинг 2 дан $25\text{-}40 \text{ мк}$ гача бўлган областлари қўлланилади.

Нормал ИК нур оқими силлиқланган, яssi модда юзасига тушганда:**а) ундан қайтади; б) модда заррачаларида ютилади ва ёйилади; в) нур ўтказади.**

Инфрақизилспектроскопик тахлилнинг қўлланилиши - а) кимёвий бирикмалар; б) минераллар; в) тупроқлар; г) қурилиш материаллари; д) силикат хом-ашъёлар ва бошқаларнинг тахлили.

Инфрақизилспектроскопик тахлилнинг мақсади - 1) Бирикма, минерални диагностика қилиш учун (сони, парчаланиши ва полосаларининг ҳолати бўйича); 2) Ярим микдорий кимёвий таркиби аниқлаш учун; 3) Кристалл ёки аморф моддаларнинг кристалланиш даражасини аниқлаш учун. 4) Моддадаги мураккаб группаларнинг тахлили. 5) Моддаларнинг қиздириш ва бошқа турли реакцияларда ўзгариш жараёнини (янги модда пайдо бўлиши, фазалар аралашмаси, оралиқ маҳсулот-лар, диссоциация ва бошқалар) ўрганиш учун. 7) Минерал структурасидаги сувнинг ёки намликтининг шакли ва турини аниқлаш учун. 8) Структуранинг тартиблилиги ва тартибсизлиги (тартибсизлик ҳолатида полосалар чўзилган ва интенсивлиги пасайган бўлади)ни аниқлаш учун. 9) Фазалар ёки қўшимчаларнинг микдорини аниқлаш (жуда хам аниқ эмас) учун. 10) Полиморф ўзгаришларни ва нукталарни ҳамда Кюри нукталарини (сегнетоэлектрик- BaTiO_3) аниқлаш учун. 11) Кристалл фаза ёки шишани (масалан, оптик шишалар) бир таркиблилигини назорат этиш учун.

Спектрометр ёки спектрофотометр – ИК спектроскопия усулида қўлланадиган жихозлар ёрдамида нур чиқиши интенсивлилиги ўлчанади ва улар детекторли қурилмага фокусировка қилинади.

ИКС-12 (бир каналли, бир нурли), ИКС-14 ва ИКС-21 (икки каналли) ИК спектрофотометрлар - ИК нурларини ўтказиши, нур қайтарилиши ва нур ютиши спектрлари $0,76\text{-}25 \text{ мк}$ тўлкинлари оралиғида маҳсус ИК спектрофотометрларда олинади.

Чет эл жиҳозларидан: UR лар, айниқса UR-20 (Германия) моделига оид Бекман спектрометрлари қўлланилади. Бу аппаратларининг ютуғи: 1) ёпиқ система; 2) частоталарни тез беради.

Текшириш диапазони - мавжуд жихозларнинг ҳаммаси маълум текшириш диапазонига, кўпин-ча 1-2 мк ($10000\text{-}5000 \text{ см}^{-1}$) дан 25-40 мк ($400\text{-}250 \text{ см}^{-1}$)гача ва 50 мк дан 300 мк ва ундан каттарок (200 см^{-1} ундан кичик)ларда ишлашга мослаштирилган.

ФОЙДАЛАНИЛГАН АДАБИЁТЛАР РЎЙХАТИ

1. Ислатов А.А. Силикат ва зўрғасуюлувчан материаллар физик - кимёвий тахлилинг замонавий усуллари. – Тошкент: Фан ва технология, 2006. -268 б.
2. Таблица физических величин. Справочник / Под. ред. И.К.Кикоина.- М.: Атомиздат, 1976.-106 с.
3. Плюснина И. И. Инфракрасные спектры силикатов. - М.: МГУ,
4. 1967.-189с.
5. Лазарев А.Н. Колебательные спектры и строение силикатов. –Л.:Наука,1968.-347 с.
6. Плюснина И. И. Инфракрасные спектры минералов. - М.: МГУ,
7. 1977.-174с.
8. Зинюк Р.Ю., Балыков А.Г., Гавриленко И.В. ИК спектроскопия в неорганической технологии. –Л.: Химия, 1983.

3-мавзу. Рентгенографик тахлил, физикавий асоси. Рентген нурлари, замонавий текшириш усуллари ва асосий ускуналар..

Режа:

1. Рентгенографик тахлил, физикавий асоси.
2. Рентген нурлари, замонавий текшириш усуллари ва асосий ускуналар.
3. Сифат рентген фазавий тахлил, кристалл панжарадаги текисликлараро масофани хисоблаш.

Таянч сўз ва иборалар. Рентген, рентген нурлари, Вульф-Брегг дифракцион эффицети, қатиқ рентген нури, юмшоқ рентген нури, монохроматик нурланиши, рентген аппарати, рентген камераси, ренген трубкаси, ионли рентген трубкаси, электронли рентген трубкаси, кеногрон, чўгланиши реостати, юқори волтльтили трансформатор, чўглаши трансфарматоридифрактометр, нурланиши детекторлари.

1. Рентгенографик тахлил, физикавий асоси.

1895 йили физика фанида оламшумул воқеа руй берди. Шу йили улуғ немис физиги, Нобель мукофотининг биринчи лауреати, профессор В.К. Рентген томонидан кўз илғамайдиган янги нур “X” борлиги қайд этилди. Бу нурлар кейинчалик олим шарафига рентген нурлари деб аталди.

1912 йили Лауэ ва унинг ҳамкасабалари томонидан рентген нури дифракцияси қашф қилинди. Натижада фазаларни тўғридан-тўғри идентификация қилишга имкон берадиган энг ишончли рентгенофазовий анализ усули яратишга муваффақ бўлинди.

Рентген нурларини регистрация қилувчи ионизацион ва сцинтиляцион счетчикларнинг пайдо бўлиши ва такомиллаштирилиши, фотография усули яратилиши ва унда фокусловчи камера-монохроматорларнинг тараққий эттирилиши орқали фазовий анализ чегаралари кенгайтирилди.

Рентген нурларининг қашф этилиши, яратилган турли усул ва жихозларнинг кўлланилиши физика, кимё, тиббиёт ва айниқса техника фанлари (металлар технологияси, металлургия, машинасозлик)га имкониятлар очиб берди.

Рентген нурлари $0,01 \div 0,00001$ мк ёки $10^2 \div 10^{-1}$ А тўлқин узунлигига эга бўлиб, улар ёруғлик нурлари каби электромагнит табиатга эга. Улар ижобий ядро ва салбий электронлардан ташкил топган атомга доимий осциллировкаланувчи кучи каби таъсир этади. Электрон ва ядро бир яқинлашади, бир узоқлашади. Натижада атомнинг ўзи тушаётган рентген нури тўлқин узунлигига нурланади. Алоҳида атомлардан чиқарилаётган нур тўлқинлари ёйи бир-бирига қўшилади ва ёйилган тўлқинлар фронтини ҳосил қиласди. Атомларнинг панжараларидан ёйилган кўпгина тўлқинлар ичидаги факат кузгудан қайтарилиш қонунига бўйсинувчиги сакланиб қолади. Айнан қайтган нур ва атомли занжир ўртасидаги бурчак худди занжир ва тушаётган нур орасидаги бурчак сингари бўлиш керак. Хажмий кристаллар учун бу картина мураккаблашади.

Рентген нурлари биринчи марта Рентген томонидан иккита электрод кавшарланган шиша найчадан иборат ҳавони 10^{-5} мм симоб устуни босимида сўриб олиниши ва ундан электр токи ўтказилиши орқали ҳосил қилинган. Ўрнатилган электродлардан ўзига хос, кўзга кўринмайдиган нурлар чиқиши қайд этилган.

Рентген нурлари квант нурлари қаторига киради, таъсири гамма нурлари кабидир. Бу нурларнинг хиди йўқ. Улар рангсиз бўлиб, буюмлар ичига кириши, сингиш, тарқалиш, ёритиш, фотокимёвий ион ҳосил қилиш, биологик таъсир кўрсатиш каби хосса - хусусиятларга эга.

Рентген нурининг турли модда ва жисмлар ичига кириш хусусияти нур тўлқинларининг узунлигига боғлиқ. Агар нур таркибида “қаттиқ”, яъни тўлқин узунлиги кичик нурлар кўп бўлса, ичига кириш “юмшоқ” (тўлқин узунлиги узун) нурларга нисбатан кўпроқ бўлади.

Рентген нурларининг интенсивлиги турли модда ва жисмлардан ўтаётганда ўзгаради. Бу уларнинг қалинлиги, қаттиқлиги, солиштирма оғирлиги ва кимёвий тузилишига боғлиқ. Газ ва ҳаво рентген нурларини сингдирмай ҳаммасини ўтказиб юборади. Лекин барий сульфат ёки қўргошин кўп нур ўтказмайди. Шунинг учун улар рентген нурларидан сакланиш учун тўсиқ сифатида ишлатилади.

Рентген нурлари модда ёки жисм томонидан ютилганда, улар иккинчи даражали рентген нурларини чиқарадиган манбага айланиб қолади.

Рентген нурларини олиш замонавий турлича тузилган аппаратларда амал-га оширилади, лекин уларнинг пайдо бўлиши бир хил принципга – рентген трубкасида катодга юқори кучланиш берилганда ўзидан электронлар – гамма нурлари чиқарилиши, уларнинг кутбланган антикатодга куч билан урилиши натижасида катта тезлиқда заррачалар отилиб чиқишига асосланган.

Рентген нурларининг дифракцияси.

Рентгенография – рентген нурлари ва уларни металл, металл котишмалари, кимёвий бирикма, минерал ва турли хом ашёларни тадқиқот қилиш фани. У юқорида санаб ўтилган моддаларнинг атом, суб-, микро- ва макроструктуралари хамда кимёвий таркибини аниқ билишга хизмат қиласди. Кимёвий модда ёки минерал атом даражасидаги тузилишини текширилаётганда кристалл пан-жаараларининг тури ва параметрларини аниқлаш имконини беради. Унинг асосий ютуқлари кристаллар, кристалл сингониялари, кристалл панжаралари каби терминларга келиб тақалади.

Рентген нурларининг кристалл моддалар атомларига урилиб тарқалиши Москва университетининг профессори Г.В. Вульф ва инглиз физиклари ота-бона Г. ва Л. Брэгглар томонидан биринчи маротаба ўрганилган. Қайтган нурларни олимларнинг фикрича кристаллдаги атомлар текислигидан қайтган деб хисоблаш мумкин.

Кристаллардаги рентген нурлари дифракцияларини баён этишнинг қулай усулини ота-бона Г. ва Л. Брэгглар топишган. Уларнинг формуласи

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

бўлиб, бу ерда n -яхлит сон бўлиб, у $1,2,3\dots$ нурларининг қайтиш тартибини беради;

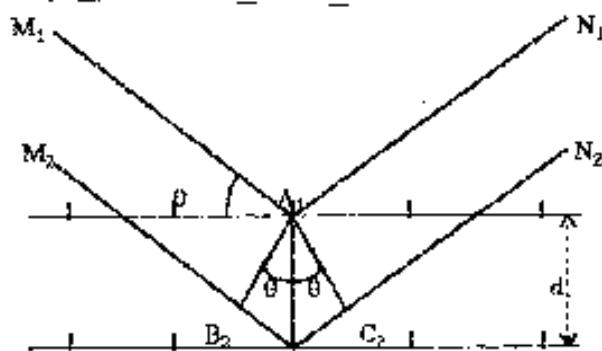
λ -рентген нурлари тўлқин узунлиги, \AA ;

d -кристалл панжарадаги атомлар юзаси орасидаги масофа;

θ- атом юзасига тушаётган рентген нурлари тушиш бурчаги.

Юқорида берилган тенглама рентгеноструктуравий ва рентгеноспектрал анализлар учун асосий хисоблаш формуласи бўлиб, у дифракция натижасида оғган нурларнинг йўналиши кристалл панжара тузилишига ўта боғлиқ эканлигидан далолат беради.

Рентген нурларининг синдириш кўрсатгичи бирга тенг деб қабул қилинган. Бу рақам рентген нурининг кристалл ташқарисидаги ва унинг ичидағи йўналишлари бир хил бўлади деган холосани келтириб чиқаради.



29-расм. Вульф-Брэгглар тенгламаси ечимига оид.

Бу холда рентген нурларининг интерференцияси содир бўлади. Дифракцион анализ, қайси усулда (кўпинча фотопленкада) қайд этилганидан қатъий назар, қаттиқ моддаларни атом тузилишини ўрганишга имкон беради.

2. Кристалл панжара текисликлар-аро масофани хисоблаш.

Турли бирикмаларни кристалл панжара юзаси орасидаги масофани Вульф-Брэгг формуласи ёрдамида хисобланади. Бунда модданинг ҳамма атомлари кристалл юза бўйлаб бир-биридан паралелл ва тенг узоклиқда жойлашганлигини намоён қиласди.

Умуман олганда рентгенография усулларида кристалл панжара текислик-лариаро масофа роли катта. Усулнинг асосида ҳам рентген нурларининг шу кристалл панжарасига тушганда дифракцияланиши ётади. Бундай нурлар кристалл ёки аморф қаттиқ модда орқали ўтганда унинг атомларидаги электронларга катта таъсир кўрсатади. Бу таъсир кристалл тузилиши маддалар учун ўта сезиларлидир. Натижада электронлар тебранма ҳаракати вужудга келади ва улар иккиласми тўлқин манбаига айланади.

Дифракциянинг кристалл панжарасидаги холати ва хисоботи кристаллар холатининг параллель юзалар системаси кўринишида талқин қилинишига келиб тақалади. Ҳар бир бундай юза ёки текислик панжаранинг кўп сонли болғовчи нукталари орқали ўтад ва улар сеткасимон юза деб аталади. Сетка- симон юза уларнинг устига тушаётган рентген нурлари ёки тўлқинларини кўзгусимон қайтишини таъминлайди. Дифракцион максимумларнинг пайдо бўлиши параллель сеткали юзалардан қайтаётган тўлқинларнинг бир-бирини интерференция ходисаси орқали кучайтиришига боғлиқ. Бу талаб дифрақцияланувчи тўлқин узунлиг (λ) ва сеткали юзага тушаётган нур бурчаги (θ) нинг орасидаги маълум даражада боғланишга боғлиқ.

3. Текшириш усулари ва рентгенографияда қўлланиладиган асосий ускуналар.

Текшириш усуллари.

Рентген нурлари ёрдамида бажариладиган рентгенографик текшириш усуллари жуда кўп. Моно- ва поликристаллик силикат моддаларини текширишда асосан қуйидаги усуллар кўйл келади:

1. Жойидан қўзғалмайдиган монокристалларни текшириш усули - бунда тасвир фотопленкали касетага қора нукталар шаклида қайд этилади. Бу усул адабиётда Лауэ усули ҳам деб аталади. Одатда текшириш учун ўлчами 0,2-1 мм бўлган монокристалл олинади;

2. Айланувчан монокристаллни текшириш усули ёки Лауэ методи - фотопленкада доғлар шаклида тасвир олинади. Намуна текшириш пайтида камеранинг ўқи атрофида 1 минутда 0,2-2 маротаба айланади. Бу холатда элементар ячейканинг ўлчамлари ва шаклини аниқ топиш имконияти пайдо бўлади;

3. Кукун усули - фотопленкали цилиндрик касетага маҳсус эгри чизиқлар ҳолида қайд этилади. Ионизациян рентгенограмма ҳолида олиниши ҳам мум-кин. Бу ҳолда фотопленка ролини дифрактометрдаги счетчик тешиги бажара-ди. Дифракцион шакл секин – аста, счетчик айланишида пайдо бўлувчи ва кетма-кет келувчи чизиқлар ҳолида олинади.

4. Рентгенодефектоскопия - газли ғоваклик, дарз кетиш каби ҳолатлар қайд этилади.

Тиббиётда қўлланиладиган асосий усуллар қаторига қўйидагилар киради:

1. Рентгеноскопия - бемор экран билан рентген трубкаси оралиғида туради. Натижга зичланган жойни қорайтириш ҳолатида қайд қилиш билан тугайди;

2. Рентгенография - текширилаётган аъзонинг сояси рентген пленкасида тасвириланишига асосланган;

3. Флюрография - аъзо тасвири маҳсус аппарат билан суратга олинади, бунда пленка автоматик ҳолатда суриласди;

Рентгенографик анализни паст ҳароратда ҳам олиб бориш мумкин:

ДРОН-серияли аппаратлар: ДРОН-1, ДРОН-1,5, ДРОН-2, ДРОН-4, ДРОН-УМ1-0,1 ва хоказо. Рентген дифрактометри умумий вазифаларни бажаришга мўлжалланган бўлиб, у ионизациян шаклни электрон хисоблаш машиналарига уланган перфолентага ҳам тушуриши мумкин. Бундай аппаратлар юқори унумдорликка эга. Рентген трубкасида максималь кучланиш 50 кВ, макси-маль ток эса 60 мА.

Аппаратларнинг асосий қисмлари. Рентген аппаратларининг асосий қисмларига киради: рентген трубкаси, тўғриловчи лампа - кенотрон, чўғланиш реостати, юқори вольтли трансфор-матор, чўғланиш трансформатори, бошқарув пульти ва унинг зинапояли автотрансформатори ва бошқалар.

1. Рентген трубкалари БСВ-2, БСВ-4, БСВ-6 ва бошқалар. Б-химояли копламада, хавфсиз; С-структурда тахлили учун; В-сувли совитиш маъноларини англатади. Рентген трубкаси рентген нурлари манбаи бўлиб, у тез учувчан электронларнинг йўлида жойлашган анод билан тўқнашуви натижасида юзага келади. Рентген трубкаларида рентген нурларини юзага келиш учун қўйидагилар таъминланishi керак:

а) Озод электронларни ҳосил қилиш;

б) Озод электронларни катта кинетик энергия билан таъминлаш (бир неча мингдан то 1-2 млн электронвольтгача);

в) Анод атомлари билан тез учувчан электронларнинг ўзаро таъсири.

Рентген трубкалари белгиларига қараб қўйидагича таснифланади:

1) Озод электронлар олиш усули бўйича.

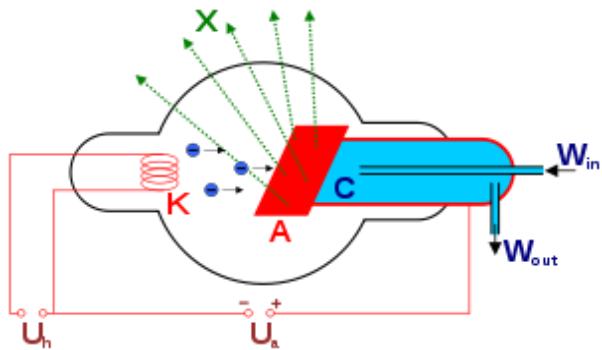
2) Вакуумни ҳосил қилиш ва уни ушлаб туриш усули бўйича.

3) Ишлатилиши бўйича. Трубка материални ёритиш, структура тахлили ва тиббий мақсадларда (диагностика ва даволаш мақсадида) қўлланилади.

4) Фокусни катталиги (майдони) бўйича. Трубкалар нормал ($6\text{-}7\text{мм}^2$) ва ўткир (мм^2 нинг бир неча юз ёки мингнинг улуши қисмича) фокус билан тайёрланади.

Структура тахлили учун қалайланган электрон трубкалар ишлатилади (14-расм). У шиша баллондан ташкил топган, унга иккита электрод киритилган: катод - қиздириладиган вольфрам симли спирал шаклида ва анод- тўла мисли трубка шаклида. Шиша баллонда юқори вакуум ($10^{-5}\div10^{-7}\text{мм}$ симоб устуни) ҳосил қилинади. Унда электронларнинг катоддан анодга бориш эркин харакати таъминланади. Катод иссиқлик ва кимёвий таъсиридан ҳамда электронлар орасидаги газли мухитда чақмоқ ҳосил бўлишидан химояланган.

Вольфрам спирал 2100-2200°C гача токда қиздирилганда электронларни чиқаради. Трубка полюсига юқори кучланиш қўйилганлиги туфайли анодга катта тезлик билан интилади. Анод (анод кўзгуси) майдонига урилиб, элек-тронлар тормозланади. Тахминан 1% атрофида кинетик энергия рентген нурларининг электромагнит энергияси тебранишига ўзгаради; қолган энергия аноддан ажралаётган иссиқликка сарфланади.



30 расм. Рентген трубканинг схематик тасвири.

Х — рентген нурлари, К — катод, А — анод (базиларда антикатод деб аталади), С — теплоотвод, U_h — напряжение накала катода, U_a — ускоряющее напряжение, W_{in} — совутивчи сувни кириши, W_{out} — совутивчи сувни чиқиши.



31 расм. ДРОН-7 рентген дифрактометри, Санкт-Петербург

Рентгенографик тахлилдан фойдаланиш имкониятлари.

Усулни қўллашни амалий имкониятлари жуда катта. Кўйида улардан асосийлари келтирилади:

1. Табиий ва сунъий минераллар ва кимёвий бирикмаларнинг диагностикаси учун (кимёгар, кристаллокимёгар, кристаллограф, геокимёгар, геолог, геофизик, физик, металлург, оптик ва бошқалар томонидан):

а) Минераллар турини аниқлаш (слюда, пироксен, дала шпати, гранат, кварц, алюнит, мелилит, волластонит, муллит, титанат, карбонат, сульфат ва бошқалар);

б) Бир турли минералларни турли типларини аниқлаш (биотит, флогонит, мусковит; натрийли -, калийли- ва кальцийли дала шпатлари; каолинит, галлуазит ва бошқа тупроқ минераллари);

в) Структура турларини аниқлаш (дала шпатининг моноклин ёки триклин шакли, пироксенларнинг моноклин ва бошқа турлари, нефелиннинг ромбик ва гексагональ шакллари ва хоказо);

г) Минерал таркибини сифат ва миқдорий баҳолаш (ион ўлчамлари ва бошқаларга боғлиқ холда).

2. Структура тахлили учун:

а) Моддаларнинг симметрияларини аниқлаш;

б) Симметрия фазовий группаларини-элементар ячейкада молекула, ион, атомларни симметрик жойлашиши;

в) Элементар ячейка ўлчамлари – параметралар: а, б ва с; бурчаклар: α, β ва γ кийматлари;

г) Панжарадаги атом, ионларнинг координати ва атомлар орасидаги масофа;

д) Модданинг кристаллик структурасини баёни, структурани ташқил қилувчи атомлар орасидаги масофа, координацион ракам ва бошқалар.

3. Аниқлаш учун:

а) Модданинг монокристаллиги - монокристални структуравий етуклиги, қўшалоқларнинг мавжудлиги, ўлчами, сифати ва бошқа диагностик параметрларини баҳолаш имкони;

б) Модданинг поликристаллиги – поликристаллар кимёвий таркиби, поликристалл заррачалари ўлчами ва хоказо.

4. Минерал структурасидаги у ёки бу элементлар ва уларнинг шаклини аниқлаш - минерал, рудадаги қўшилма (изоморф, механик) ларнинг қандай аралашмалиги ва эрувчанигини ўрганиш учун.

5. Тоғ жинслари ва рудаларини сифати ва микдорини фазовий рентгенографик тахлили.

6. Минералларнинг дисперслиги ва кристалларининг катталикларини баҳолаш.

7. Минераллар структуралари тузилиши, нуксонлар-Шотки, Френкель ноаниқларни ва дислокацияларни баҳолаш.

8. Минерални текстураларини аниқлаш.

9. Рентгонаоморф ва коллоид минералларни ўрганиш;

10. Минералларнинг барқарорлиги ва турли таъсирлардан фазовий ўзгаришини ўрганиш;

11. Зичлик, иссиқлиқдан кенгайиш коэффициенти, Кюри нуқтаси, қаттиқ эритмаларнинг идеаллиги ёки дефект структурага эга эканлиги каби физик хосса - хусусиятларини аниқлаш;

12. Хона хароратидан 1500°C ли харорат таъсирида рўй берувчи физик-кимёвий ўзгаришларни аниқлаш;

13. Минус 190°C гача тадқиқотлар олиб бориш, совуқлик таъсирида рўй берган ўзгаришларни аниқлаш;

14. Рентгенографик тахлилни хаво шароитида олиб бориш ва олинган натижалар турғунлигини таъминлаш;

15. Рентгенографик тахлилни юқори босим остида маҳсус камералардан фойдаланган холда олиб бориш;

16. Шиша, канифоль, гудрон каби ноорганик ва органик моддаларни ки-чик рентген бурчаклари остида текшириш ва уларда бор бўлган фрагментлар-ни аниқлаш.

Рентгенографик тахлил афзаллиги.

Жуда кўп афзалликлари бор. Улардан асосийлари қаторида қуйидагилар-ни қайд этиш мумкин.

1. Флуоресцент нурланишни фильтрлаш мақсадида монокроматлардан фойдаланиш имконияти беради.

2. Интенсивликни юқори аниқликда ўлчаш мумкинлиги (чегаралар фотографик усулда 5-7 %, электрик усулда ўлчаща 0,5-1%).

3. Текшириш натижаларини хужжатлилиги. Иккиласми нурланишни фото-график қайд этишда рентгенограмманинг хамма линиялари бир вақтнинг ўзида қайд этилади. Дифрактометр ёрдамида турли чизикларнинг интенсивлиги ҳисобга олинади, счётчик айланиши ёки ионизациян камеранинг ўзиёзар машинкасида ёзилади.

4. Кристалларнинг ўлчамларини аниқлаш имконияти. Поликристалл ўлчами (10^{-3} - 10^{-5} см оралиғида ётган бўлса рентгенограммада узлусиз ва нозик чизиклари қайд этилади. 10^{-5} см дан кичик ўлчамли кристалларнинг мавжудлиги чизикларнинг “дифракцион кенгайиш”га олиб келади. Агар кристаллар йирик донали ва 10^{-3} дан катта бўлса,

рентгенограмма донадор, яъни алоҳида нуқталардан ташкил топади. Чизиқларда кузатилаётган иккала ўзгаришни ҳам кристалларнинг ўлчамларини аниқлашда ишлатиш мумкин.

5. Кичик бурчак остида кичик ўлчами объект рентгенограммаларини олиш имконияти (масалан, каттиқ эритмаларнинг тузилиши бир хилда эмас-лиги, шиша ва бошқалар).

6. Текстурани аниқлаш имконияти (майда кристалл - агрегатларнинг йўналтириш қонуниятлари).

7. Усулнинг юқори даражада унумдорлиги (дифрактометрия);

8. Кристаллнинг керакли йўналиши бўйича қўйиши ва рентгенограмма-сини олиш имконияти.

9. Рентгенография усулининг таъсирида электронография ва нейтроно-графия усувларининг пайдо бўлиши ва такомиллашиши. Уларда электронлар ёки нейтронлар боғларининг намунага таъсири қайд этилади.

Усулнинг камчиликлари. Рентгенография усулининг афзалликлари жуда кўп, лекин камчиликлари ҳам бор. Олимларнинг аниқланган камчиликларини бартараф этиб, усул имкониятларини ошириш устида фаол ишламоқдалар. Булар қаторига қуидагилар киради:

1. Усулни аморф моддалар (шиша, канифол, смола, ях ва бошқалар) структурасини аниқлашдаги заифлиги. Хосил бўлган рентгенограмма ё тўғри чизиқдан иборат, ёки жуда паст интенсивли пиклар йиғиндисидан иборат бўлади. Бу камчилик рус олими проф. Парой-Кошиб фикрича рентген нурлари кичик бурчак остида намунага таъсир эттирилишини таъминлаш прецизион усули орқали бартараф этилиши мумкин. Бу усул шишаларнинг тузилишидаги микроанатомикларни текширишнинг тўғри усули хисобланади.

2. Поликристалл моддалари структураларини рентгенографик расшифровка килишнинг қийинлиги. Уларда атом структураларини аниқловчи маълу-мотлар кўпинча етарли миқдорда эмас.

Мавзу бўйича саволлар:

1.Рентген нури қачон ва ким томонидан кашф этилган?

2.Рентген нурларининг тўлқин узунлигини ўлчовини келтиринг.

3.«Қаттиқ» ва «юмшок» рентген нурлари деб қандай тўлқин узунлигига эга бўлган нурларга айтилади?

4.Ота-бала Брегглар томонидан тақдим қилинган рентген нури дифракциясига оид формулани ёзиб беринг.

5. Рентген нури ёрдамида бажариладиган рентгенологик текшириш усувларини санаб беринг.

6. Нурланишни ионизацион қайд этиш тахлили аппаратларини номи ва маркасини келтиринг.

7. Рентген аппаратларининг асосий қисмлари номлари ва тузилиши ҳақида маълумотлар беринг.

8. Рентген трубкаси рентгенографик аппаратларда қандай ролни бажаради, улар конструктив қандай деталлардан ташкил топган?

9. Кенотрон, чўғланиш реостати, юқори колътили трансформатор каби рентген аппарати қисмларининг тузилиши ва вазифалари ҳақида маълумотларни келтиринг.

10.Рентгенографик тахлилдан фойдаланиш имкониятлари қандай?

11.Рентгенографик таххил афзалликлари?

12.Рентгенографик усул камчиликлари?

4-Мавзуга оид таянч сўз ва иборалар.

Рентген нурлари - $0,01 \div 0,00001$ мк ёки $10^2 \div 10^{-1}$ А тўлқин узунлигига эга бўлиб, улар ёруғлик нурлари каби электромагнит табиатга эга. Улар ижобий ядро ва салбий электронлардан ташкил топган атомга доимий осциллировкаланувчи кучи каби таъсир этади. Электрон ва ядро бир яқинлашади, бир узоклашади. Натижада атомнинг ўзи

тушаётган рентген нури тўлқин узунлигига нурланади. Рентген нурлари қаторига киради, таъсири гамма нурлари кабидир. Бу нурларнинг хиди йўқ. Улар рангсиз бўлиб, буюмлар ичига кириши, сингиш, тарқалиш, ёритиш, фотокимёвий ион ҳосил қилиш, биологик таъсир кўрсатиш каби хосса - хусусиятлапрга эга.

“Қаттиқ” рентген нурлари - тўлқин узунлиги кичик нурлар - 0,6-0,06 А°, моддаларнинг ичига онсонроқ ва кўпроқ киради.

“Юмшоқ” рентген нурлари - тўлқин узунлиги узун нурлар- 6-60 А°.

Рентгенографик тахлил – рентген нурлари ва уларни металл, металл қотишмалари, кимёвий бирикма, минерал ва турли хом ашёларни тадқиқот қилиш фани. У юқорида санаб ўтилган моддаларнинг атом, суб-, микро- ва макроструктуралари хамда кимёвий таркибини аниқ билишга хизмат қиласди. Кимёвий модда ёки минерал атом даражасидаги тузилишини текширилаётганда кристалл панжараларининг тури ва параметларини аниқлаш имконини беради.

Вульф-Брэгг формуласи - турли бирикмаларни кристал панжара юзаси орасидаги масофани Вульф-Брэгг формуласи ёрдамида хисобланади. Бунда модданинг ҳамма атомлари кристалл юза бўйлаб бир-биридан паралелл ва тенг узокликда жойлашганлигини намоён қиласди.

Кукун усули - фотопленкали цилиндрик касетага маҳсус эгри чизиқлар ҳолида қайд этилади. Ионизацион рентгенограмма ҳолида олиниши ҳам мум-кин. Бу холда фотопленка ролини дифрактометрдаги счетчик тешиги бажара-ди. Дифракцион шакл секин – аста, счетчик айланишида пайдо бўлувчи ва кетма-кет келувчи чизиқлар ҳолида олинади.

Рентгенодефектоскопия - газли ғоваклиқ, дарз кетиш каби ҳолатлар қайд этилади.

Дифрактограмма - нур қайтариш бурчаги қиймати ва уларнинг интенсивлигини тўғридан-тўғри беради. Кукун рентгенограммаларида нур қайтаришга боғлиқ бўлган, нур қайтариш бурчаги кўрсатгичидан юзалар аро масофа кўрсатгичига ўтишда, юзалараро масофа турли тўлқин узунликлари бўйича хисобланган ва справочникларга йиғилган нурланишни жадвалларидан фойдаланиш орқали бўлади.

ФОЙДАЛАНИЛГАН АДАБИЁТЛАР РЎЙХАТИ

1. Исматов А.А. Силикат ва зўрғасуюловчан материаллар физик - кимёвий тахлилини замонавий усуллари. – Тошкент: Фан ва технология, 2006. -268 б.
2. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. – М.: Металлургия, 1982.-632с.
3. Азимов Ш.Ю., Тожиев Ф.Х. Анерганик моддаларнинг физика - химиявий анализи. -Тошкент: Ўқитувчи, 1977.-132 б.
4. Таблица физических величин. Справочник / Под. ред. И.К.Кикоина.- М.: Атомиздат, 1976.-106 с.
5. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. – М.: Физматгиз, 1961.-863 с.
6. Михеев В.И., Сальдау Э.П. Рентгенофический определитель минералов [Т.II]. – Л.: Недра, 1965.-364с.
7. Васильев Е.К., Кащаева Г.М., Ушаповская З.Ф. Рентгенографический определитель минералов. –М.: Наука, 1974.
8. Ковба Л.М., Трунов В.К. Рентгенофазовый анализ. –М.: МГУ, 1976.

4-мавзу. Термик тахлил, дифференциал термик тахлил, дифференциал термогравиметрик, комплекс термик тахлил усуллари.

Режа:

1. Термик тахлил.
2. Дифференциал термик тахлил, дифференциал термогравиметрик, комплекс термик тахлил усуллари.
3. Термография усулининг назарий тахлили. Термография усулининг физик асослари - қайтар ва қайтмас жараёнлар.
4. Эндотермик ва экзотермик эффектлар ва уларнинг моҳияти.
5. Усулдан амалий фойдаланиш имкониятлари. Усулнинг афзаллиги ва камчилиги.

Таянч сўз ва иборалар: термография, дифференциал-термик, гравиметрия, калориметр, термограмма, Курнаков, иссиқлик, термопара, дериватография, температура, эталон, жараён, қайтар, қайтмас.

Термография усули табиати.

Термография ноорганик моддалар, силикат ва қийин эрийдиган нометалл материалларни қиздириш жараёнида содир бўладиган жараёнларни ўргатади. Улар одатда иссиқлик эффектлари билан боғлиқ.

Термография усулининг турлари жуда кўп. Энг асосийлари қаторига киради:

1. Термик анализ;
2. Дифференциал термик анализ (ДТА);
3. Комплекс термик анализ;
4. Дериватография;
5. Тензиметрия;
6. Газоволюметрия;
7. Дилатометрия.

Биринчи марта қиздириш эгриликлари француз олимиси Ле-Шателье томонидан 1887 йилда олинган, у температурани платина - платина-родийли тер-мопараларда ўлчаш орқали термографик эгри чизиқларни ҳосил қилиш мумкинлигини кўрсатди.

Узоқ йиллар давомида тадқиқотчилар қиздириш эгрилигини вақт ва температура боғлиқлигини координата чизиғида қайд этганлар. Бироқ кичик эфектларни бу эгриликларда топиш қийин. 1899 йилда Робертс-Остин диф-ференциал термопара кўллади, бу термопаралар кичик микдордаги иссиқликни сезувчандир.

1904 йилда француз мухандиси Саладин Ле-Шателье билан биргалиқда координатада термик эгриликларни олувчи аппарат яратдилар. Аппаратга қуйидаги икки фактор асос қилиб олинди:

- 1) Эталон ва намуна температураси фарқи;
- 2) Намуна температураси.

Бу усулни янада ривожлантиришга рус олимлари харакат қилдилар. Россияда термик тахлил асосчиси Н.С. Курнаков бўлиб, у 1904 йилда ҳозирги кунда хам қўлланилаётган пиromетрни яратди.

МДХ давлатларида илмий-тадқиқот ишларини ривожланиши натижа-сида системаларни физик-кимёвий ва минерологик таркибларини ўрганиш бўйича қиздириш эгриликлари усулидан силикатлар, руда тузлари ва қотишмаларни ўрганиш учун фойдаландилар.

Термик тахлилдаги дифференциал ёзувларни киритилиши усулни сезувчанлигини янада орттиреди. Икки турдаги термик тахлил-дифференциал ва оддий эгриликлар ёзида бошлади. Қиздириш эгриликларини ёзиш учун приборга иккита ўта сезувчан кўзгули гальванометр ўрнатилган. 1943 йилда Ф.В. Сыромятников тажриба вақтида дифференциал қиздириш эгрилигига температура шкаласини суртиш (тушириш) усулини таклиф қилганидан сўнг, термик тахлил учун аппаратга иккинчи кўзгули гальванометри уланиши ва оддий қиздириш эгрилигини ёзишни хожати бўлмай қолди. Янги функциялар билан термик тахлил физик-кимёвий тахлил рамкасини яна кенгайтирди. 1939 йилда И.В. Танаев термик тахлилни термография деб аташни таклиф этди.

Термография деганда текширилаётган модданинг ихтиёрий нуктасидаги хароратни (ёки хароратдаги бирор функцияни) аниқ программа бўйича моддани узлуксиз равища қиздирилганда ёки совитилгандаги холатини қайд этиш тушунилади.

Усулнинг физик моҳияти: физик ва кимёвий жарёнларнинг катта қисми иссиқликни ажралиши ёки ютилиши билан боради. Баъзи бир жараёнлар тўғри ва қайтар йўналишида, баъзилари эса факат бир йўналишда содир бўлади.

Қайтар жараёнларга киритиш мумкин: эриш-кристалланиш, қайнаш-конденсация, полиморф ўзгаришлар, мураккаб бирималарнинг хосил бўлиши ва парчаланиши, диссоциация.

Қайтмас жараёнларга киритиш мумкин: кам барқорор холатдан юқори барқорор холатга ўтиш реакциялари, қаттиқ эритмаларнинг парчаланиши, аморф холатдан кристалл холатга ўтиш, ўзаро таъсир реакциялари, монотроп ўзгариш ва бошқалар.

Ҳамма жараёнлар иссиқликни ютилиши ёки ажралиши билан боради, буни хароратни ўлчаш йўли билан ўрганиш мумкин. Жараённи боришини ўлчовчи приборлар ёрдамида қайд этилади. Тажриба натижаларини эгри чизиқлар орқали ифодалаш мумкин, бунда вақт ва хароратни боғлиқлиги ифодаланади. Агар текширилаётган моддада бирорта фазовий ўзгариш ёки кимёвий реакция содир бўлса, қиздириш режими бузилади. Унинг бузилиши қиздириш эгрикларида ёки майдонда пайдо бўлиш бирга боради.

Күйида температура ўзгаришига асосланган термик анализ тuri, темпера-tура ўзгаришига боғлиқ физик параметр ва бу ўзгарувчан параметрни қайд этувчи асбоб схематик равишда қайд этилади: термик анализ (ТА) → энтальпия → калориметрлар; дифференциал термик анализ (ДТА) → намуна ва этalon ўртасидаги температуralар фарқи → ДТА аппаратлари; термогравиметрик анализ → масса → термоторозлар; дифференциал йўналувчан калориметрик анализ → намунага ўтказилган иссиқлик → дифференциал калориметр; солиширма иссиқлик сигими ўзгариши анализи ва бошқалар.

Термик тахлил.

Системанинг бирорта кўрсатгичининг катталиги мавжуд фазаларни аста-секин микдорий нисбатда ўзгаришида бирор фазанинг йўқолиб кетиши ёки янги фазанинг сакраб ўзгаришида пайдо бўлади. Бу эгрилигини термик усули орқали олинади. Бунда координата ўқларида модда температураси ва унга жавобан температура ва обцисса ўқларида вақт қайд этилади.

Масалан: I - эффект: $MgCO_3 - MgO + CO_2$ ёки полиморфизм;

II - эффект: $CaCO_3 - CaO + CO_2$ ёки эритиш.

Қиздириш вақтида фазовий ўзгаришлар рўй бериши ва унинг бошланиши аниқ нутқадан бошланади. Модданинг қиздириш эгрилиги бу вақтда тезлашиши ёки секинлашиши мумкин. Масалан, $\alpha-Al_2O_3$ да қиздириш жараёнида хеч қандай фазавий ўзгаришлар содир бўлмайди. Шунинг учун у этalon сифатида ишлатилади. Бу инерт модда ҳам печга жойланади ва худди текширилаётган намуна тезлигига қиздирилади.

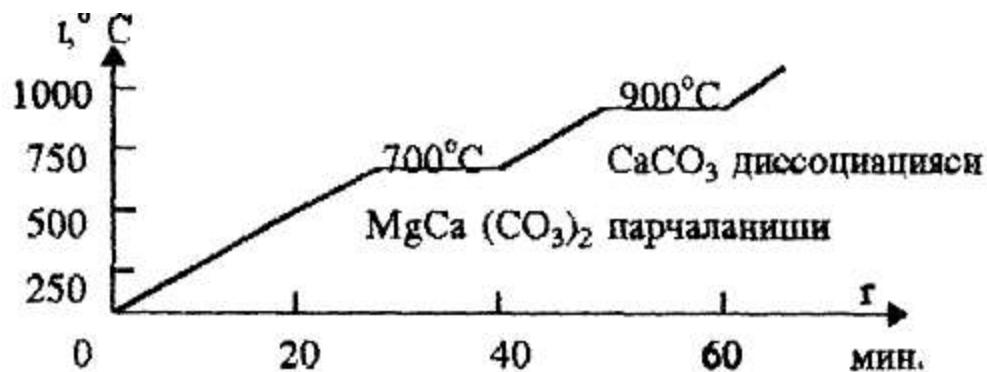
Ҳароратнинг ўзгариши эгриликларнинг горизонтал участкаларида кўринади (23-расм).

Карбонатларнинг диссоциацияси ва гидратларнинг сувсизлантиришдаги қиздириш температурасини аниқлаш муҳим ахамиятга эга. Шуни ҳам назарда тутиш керакки, олинаётган температура эфектлари қиймати қиздириш тезлиги, намуна оғирлиги ва бошқа параметрларга таъсир этади.

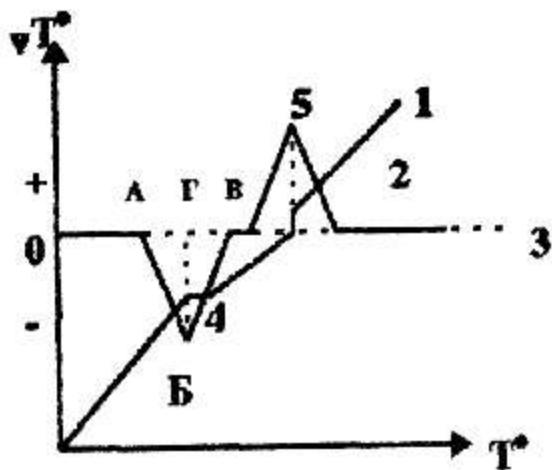
Қиздиралаётган ёки совитилаётган модда температурасини гальванометрнинг кўрсатгичида ёки автоматик тарзда ёзиш мумкин. Қиздириш ёки совитиш эгриликларини автоматик тарзда ёзишда автоматик ўзи қайд этувчи акад. Н.С. Курнаков системасидаги пиromетрлар кўлланилади (24 расм).

Курнаков пиromетрларида термопара кўзгули гальванометрга уланади, бунда бир меъёр тезлик билан харакатланувчи барабанга ёруғлик нури тушади. Барабан ёруғликни сезувчан қоғозга ўралган бўлиб, унда автоматик тарзда термик эгриликлар ёзилади.

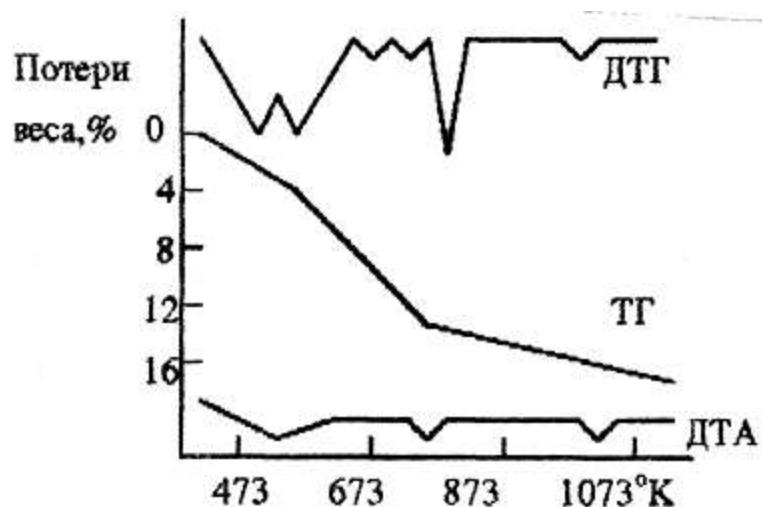
Узок вақт давомида акад. Н.С. Курнаков томонидан яратилган пиromетрлар термография усулининг асосий асбоби вазифасини ўтади.



23-расм. Доломит минералининг термик тахлили диаграммаси.



24-расм. ДТА табиатини очиб берувчи диаграмма: 1-қиздириш эгрилиги (термик тахлил); 2-дифференциал эгрилик (ДТА); 3-нул линияси; 4-эндотермик эффект; 5-иссиқликни ажралишига оид экзотермик эффект; АБВ-эндотермик эффект чўққиларини ўлчами; АВ-чўққининг кенглиги; ГБ-чўққининг чуқурлиги ёки баландлиги-термик реакция интенсивлигини кўрсаттичи.



25-расм. Тоза цемент хамирининг дериватограммаси.

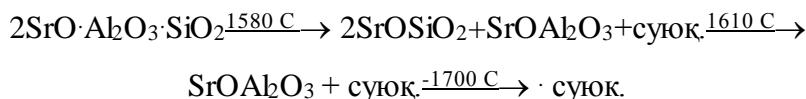
Дифференциал термик тахлил (ДТА).

Кўпгина холларда реакцияларнинг термик эффиқти жуда кичик, шунинг учун унга мос эгриликлар кам сезиларли. Бундай холларда термопаранинг сезувчанлигини дифференциал схема қўллаш билан катталашибирлади (24-25 расмларда келтирилган).

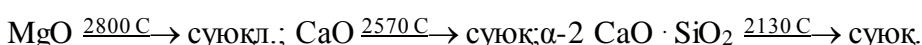
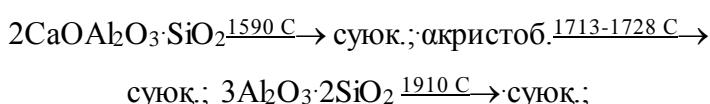
Берилган ушбу холатда дифференциал термопара бир вақтнинг ўзида иккита температурани ўлчайди: 1) текширилаётган модданинг температураси; 2) температура фарқи ёки қиздирилаётган модданинг текширилаётган температура интервалида этalon моддага нисбатан ўзгариши.

ДТА чизиги ёки эгриликларида эндотермик эффиқлар қуйидаги ҳолларда рўй беради:

- 1) Термик бузилиш ёки текширилаётган моддадан газсимон фаза ажралиши билан. Масалан, тупроқ минерали $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ (дегидратация); оҳактош $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ (декарбонизация);
- 2) Термик парчаланиш, яъни газсимон фаза ажралмасдан модданинг парчаланиши билан. Масалан, алит минералининг парчаланиши:
- 3) Энантиотрон характерли полиморф ўзгариш билан. Масалан, α -кварц \rightarrow α -тридимит (кенгайиш 16%);
- 4) Модданинг инконгруэнт эриши билан, янга таркибининг суюқ ва қаттиқ фазаларини хосил бўлиши билан биргаликда,



- 5) Модданинг конгруент эриши билан:



- 6) Қайнаш – буғланиш ва возгонка;

- 7) Қайтар реакциялар.

Моддаларнинг дифференциал термик анализ шаклларида экзотермик эффиқт қуйидаги сабаблар туфайли содир бўлади:

- 1) Оксидланиш реакцияларида $\text{Fe} + \text{O} \rightarrow \text{FeO}$; $\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{O} \rightarrow 2\text{CeO}_2$;
- 2) Монотроп характерли полиморф ўзгариш, берилган температурада берқарор модификациядан барқарорга ўтиш билан биргаликда $\alpha \square 2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (белит) $\xrightarrow{725-20^\circ\text{C}} \gamma \text{C}_2\text{S}$ ($2,97 \text{ g/cm}^3$);
- 3) Берқарор аморф холатидан кристал холатига ўтиш Билан SiO_2 шиша $\rightarrow \alpha \square$ -кристобалит; коллоидлар кристаллизацияси;

- 4) Бирикма реакцияси билан. Масалан, алитни хосил бўлиши.
- 5) Абсорбция жараёни рўй берганида;
- 6) Адсорбция жараёнида;
- 7) Кристалларнинг йириклиши жараёни ва бошқаларда.

Юкорида қайд этилган эфектлар табиатига кўра 2 группага ажралади – физик ва кимёвий ўзгаришлар.

Физик термоэффект берувчиларга киради: абсорбция, адсорбция, полиморф ўзгариш, кристаллар йириклини, десорбция, эриш, аморф ҳолатидан кристалл ҳолатига ўтиш, сублимация ва бўғланиш.

Кимёвий термоэффект берувчи жараёнлар сафига химосорбция, бўлиниши реакциялари, дегидратация, газли мухитда оксидланиш, молекулалар камайиши билан рўй берадиган оксидланиш реакциялари, оксидланиш – қайтарилиш реакциялари, газли мухитда қайтарилиш, каттиқ фазада рўй берувчан реакциялар, бириткириш ва ўринолмошиш реакциялари, изомеризация ва бошқалар киради.

Комплекс термик анализ.

Усул Г.Н. Воронков (1953 й.) ва Э.К. Келер (1955 й.) томонидан керамик хомашъёларни текшириш учун ишлаб чиқилган. Унда Келер бўйича қуйидагилар бор:

- 1) одатдаги ДТА;
- 2) қиздириш жараёнида материални узайиши ёки қисқаришини аниқлаш;
- 3) қиздиришда материал оғирлигини йўқолишини аниқлаш.

Воронков бўйича КТА га киради:: 1) ДТА эгриклари; 2) оғирликни ўзга-риши эгрилиги; 3) хажми ўзгариши эгрилиги; 4) электрқаршилик эгрилиги.

Фотоқайд этиш қурилмаси сифатида Курнаков пиromетри ишлатил-ган: барабаннинг фотоқоғозида бир вақтнинг ўзида термик эфектлар, намунанинг оғирлиги ва хажмни ўзгариши қайд этилади. Намунанинг чизиқлари ўлчамини ўзгариши (тажрибадан олдин кўйилган белги) фото қайд этиш учун оптик системада берилган.

Термогравиметрик чизиги олишда, шу жумладан комплекс термик анализ-да ҳам худди бошқа термография методларида рўй берадиган ҳолатдагидек кўп факторлар мавжуд. Улар тажриба натижаларининг аниқлиги ва қайта тикланишига гоҳ ижобий, гоҳ салбий таъсир ўтказади. Уларни икки асосий группага бўлиш мумкин:

1. Ўлчовчи асбоблар (термотарозлар) тузилиш ва ишлаши билан боғлиқ бўлган факторлар:

 - а) печь қиздирилиш тезлиги;
 - б) ёзиш тезлиги;
 - в) печь атмосфераси;

- г) намуна ушлагич шакли;
- д) ёзув курилмаснинг сезирлиги;
- е) намуна контейнери материали кимёвий таркиби.

2. Намуна характеристикаси:

- а) намуна массаси;
- б) намунада ажралиб чиқарилаётган газнинг қайта эриши;
- в) намуна бўлакчалари ўлчами;
- г) реакция иссиқлиги;
- д) намуна бўлакчаларининг зич жойлашиши;
- е) намунанинг кимёвий таркиби;
- ж) иссиқлик ўтказувчанлик ва хоказо.

Дериватографик анализ.

Бу усулга К.Хонда 1915 йили асос солган ва илк бор термотарозлар яратган. 1915-1920 йиллар давомида усулнинг термогравиметрия қисми Гайчар томонидан ривожлантирилган. Ўтган асрнинг 1940-1950 йилларида Дюваль усул афзалликларини амалда синааб қўрсатган. 1950-чи йилларда эса юқори сифатли саноат термотарозлари пайдо бўлди. Бу эса дериватографияни пайдо бўлишига олиб келди.

Дериватографиянинг анъанавий ДТА дан фарки шундаки, бир намунанинг ўзида энталпия ва оғирликни йўқотиш қайд этилади. Оддий холдаги дифференциал термотахлилда температура намунада, термогравиметрияда эса-печдаги мухитда ўлчанади. Бу эгриликларни мос равишда қўйишда қийинчиликларни юзага келтиради ва хатоларга йўл қўйишга олиб келади.

1955 йилда венгер фуқаролари Ф.Паулик, И.Паулик ва Л.Эрдан дери-ватография усули бўйича таклиф киритишган. Бу усул бўйича автоматик равишда тўртта эгрилик қайд этилади: 1) температура эгрилиги; 2) ДТА эгрилиги; 3) термогравиметрик эгрилик (ТГ); 4) дифференциал термо-гравиметрик эгрилик (ДТГ).

ДТГ бўйича қиздириш жараёнида оғирлик тезлигининг ўзгариши аниqlанади. Бу эса ўз навбатида термографик эгрилик ТГ устига устма-уст тушган жараёнларни ажратишга имкон беради.

Бунга эришиш учун дериватограф торозиси чашкаларидан бирига пермагнет-магнит ўрнатилган бўлиб, у чўлғам ичидаги вертикаль ўқда жойлашган. Материални қиздириш билан оғирлигини ўзгаришида магнит қиздириш тезлигига пропорционал равишда сурилади. Магнит майдонида хосил бўлган ток магнит узатиш тезлигига пропорционал бўлади ва унинг кучланиши приборда фотографик йўл билан қайд этилади.

Мисол тарикасида юқорида тоза цемент хамири (юза күрсаткичи 4000 см²/г, қолиплаш температураси 293 К ва ёши 28 суткага тенг)ни қиздиришда ҳосил бўладиган дериватограмма юқорида берилган.

Термик тахлилда фойланиладиган усуналар.

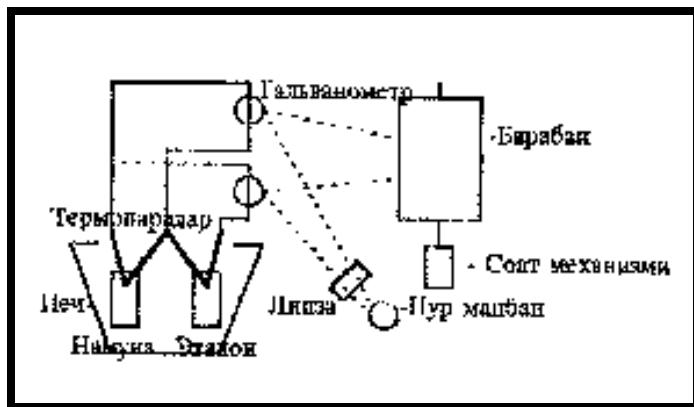
Термография усулларининг имконияти катта. Энг аввало улар ёрдамида текширилаётган моддада содир бўладиган эндо- ва экзотермик эфектларни қайси температура нуқтасида бошланиши ва қайси температурада тугаши ҳақида ўта аниқ хulosага эга бўламиз. Бу эса биринчи ҳарорат нуқтасининг пасти ва иккинчи ҳарорат нуқтасининг тепа томонларида рентгенографик, ИК спектроскопик ва микроскопик тадқиқотлар ўтказиб, фиксация қилинган эфект моҳиятини англашга олиб боради.

Термограф тадқиқотларни ўтказишда танланган аппаратура, тигел ва термопаралар роли нихоятда катта. Айниқса, тажрибаларни 1500°C ва ундан юқори ҳароратда олиб борилганда намуна ва термопара симларининг учмаслигини таъминлаш, тигел тозалаш жараёнини осонлаштириш ва ҳоказо талаб қилинади.

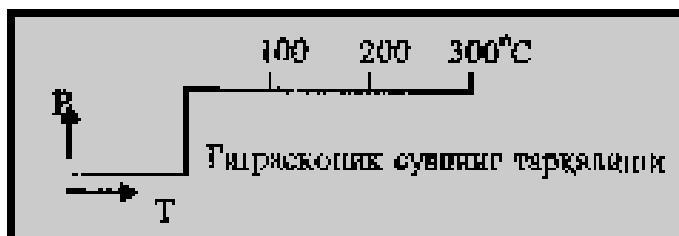
Агар тадқиқотларда термик тахлил усули қўлланмаса, у холда жуда кўп марта намуналарни куйдириш, жуда кўп ренгенограммалар олиш ва уларни расшифровка қилиш, кўп сонли шлифлар ясаш ва тадқиқотлар ўтказиш керак бўлур эди. Термография эса олимлар ишини систематикага солди ва тадқиқотлар сони максимал камайтириш имконини берди.

Замонавий термик жихозлар учун куйидагилар талаб қилинади (26-расм):

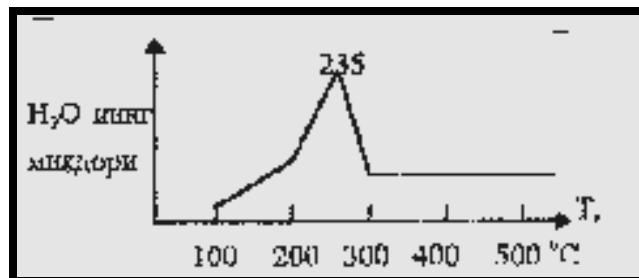
- 1) Вольфрам (2800°C гача), электрографит (2000°C гача), родий (1800°C гача), силит (1500°C гача), 10-20% родийли платина (1500°C гача), глобар (1500°C гача), платина (1400°C гача), тантал (1330°C гача), молибден (1200°C гача), хромель (1100°C гача), нихром (1000°C гача) каби қиздирилишларга эга бўлган электрик печлар;
- 2) Потенциал-регулятор ёки бошқа турдаги печ температурасини бир меъёрда кўтарилишини таъминловчи жихоз. Булар қаторига автоматик ползун-кили реостатлар, автотрансформаторлар ва потенциал-регуляторлар киради. Контактли гальванометр ва потенциометрларни ҳам ишлатиш мумкин.
- 3) Эталон ва намуна солинадиган тигеллар (платинали, корундли, графитли ва бошқалар);



26-расм. Дифференциал термопарали Курнаков пирометрининг схемаси.



27-расм. Гипстош $2\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ нинг тензиметрик (P, t) чизиги.



28-расм. Табиий гиббсит минералининг дифференциал тензиметрия чизиги.

4) Платина – платинородийли (20%Rh), платина-платинародийли (10%Rh), хромел-алюмелли, вольфрам-молибденли, никель-хромникелли, темир-конс-тантан, мис-константан ва бошқа оддий ва дифференциал термопаралар. Темир-константан термопара 185-370°C оралиғида, хромель-алюмелли термопара 1200°C гача, платина-платинородийли эса 1400 °C гача ишлатилади. 1400°C дан юқоригоқ температурада эса вольфрам, молибден, рений, tantal, ниобий ва уларнинг қотишмаларидан ясалган термопаралар ишлатилиши керак.

5) Натижаларни ёзувчи автоматик ёзув қурилмаси (фотоқайд этиш- ёзиш ёки потенциометр).

Қуйида номи қайд қилинган жихозлар устида батағсил түшунтириш берилади:

1. Печлар: металл корпусли ҳимояланган, ичига қиздириш элементлари ўрнатилган жихоз. Қиздириш элементи сифатида диаметри 0,5-1 мм бўлган нихромли симлар (1273 K гача), қотишма Б-2 (1473 K гача), платина (1773 K гача), силитли ($\text{SiC}+\text{C}$, 1773 K гача) ва корборундли стерженлар (SiC , 1773 K гача) ишлатилади.

2. Печнинг терморегуляторлари сифатида автоматик силжувчи реос-татлар, автотрансформаторлар ва программа билан бошқариладиган потенциал регуляторлари кўлланади.

3. Тигеллар - қалин деворли металл ёки керамика блоки, думалоқ ёки тўғрибурчак шаклда тайёрланган. Платинали тигелларни кислотада тозалаб, кўп вақт ишлатиш мумкин.

4. Термопаралар - энг катта талаб - модда билан ўзаро таъсирашмаслик. Шунинг учун кўпинча 1773 К гача Pt-PtRh ва 2273 К гача вольфрам - молибден ишлатилади.

5) Ўзи ёзувчи ёки регистрация қилувчи система. Электрон ўзи ёзувчи қурилмалар - ЭПП-09, ЭПД-09 типидаги потенциометрлар.

Дериватографлар

Чет элда чиқариладиган, МДҲ мамлакатларида кўлланиладиган жихозга дериватограф номи билан аталувчи ва Будапештнинг “Метримпэкс” фирмаси-нинг 1966 йилда Паулик Ф. ва бошқалар томонидан чиқарган модели жихоз бўлиб, унинг маркаси ОД-102 дир.

Комплекс термоаналитик жихоз дифференциал термоаналитик аппа-ратлар, термотарози ва дифференциал термотарозидан иборат. Дериватограф шу текширилаётган кукунда бир вақтнинг ўзида оғирликни ўзгариши (ТГ), оғирликни ўзгариш тезлиги (ДТГ), температуралар фарқини ўзгариши (ДТА) ва температурани ўзгариши (Т) ни аниқлашга имкон беради.

Кўрсатилган тўрт хил ўлчаш тўла тахлил шароитида - комплекс текширувни таъминлайди. Температура печда эмас, балки намунада ўлчанади, демак модданинг температура таъсирида ўзгариши юқори аниқликда ўлчанади.

Намуна учун тигеллар шундай ясалганки, унда содир бўлаётган қаттиқ фаза ва суюқ фазадаги реакцияларни ўрганиш мумкин. Дериватографнинг платина тигелидаги намунани температураси электрик печ қизиши тезлиги билан бир хилда кўтарилади. Модданинг кукуни 50 дан 5000 мг. гача бўлади. Электропечнинг қизишини бошқарув программаси бўйича минутига $0,5^{\circ}\text{C}$ дан 20°C тезлик билан кўтарилиши таъминланади. Печнинг энг қизиган мухитидаги максимал температура $150, 300, 600, 900, 1200^{\circ}\text{C}$. Максимал ҳато $\pm 5^{\circ}\text{C}$. Фотоқайд этувчи барабаннинг бир марта тўлиқ айланиши 25, 50, 100 ва 200 мин. да содир бўлади. Термограммалар 25, 50, 100, 200 минутда ёзилиши мумкин. Термограммадаги миллиграммлардаги оптик шкала намунани оғирлигини камайишини аниқлаш учун қуйилган. Термограммалар инерт газда олиниши мумкин. Жихоз тўла автоматлаштирилган.

Паулик Ф. ва бошқалар томонидан яратилган «ОД-102» дериватографи конструктив 16 элемент, деталь ва жихоздан ташкил топган: 1-намуна солина-диган тигель; 2-инерт модда солинадиган тигель; 3-чинни трубка; 4-термопара-лар; 5-электр токи билан ишлайдиган печь; 6-гижимланиб кетмайдиган сим; 7-тарозлар; 8-катушка; 9-магнит; 10-ТГП учун гальванометр; 11-хароратни ўлчовчи гальванометр; 12-ДТА гальванометри; 13-лампалар; 14-оптик тешикча; 15-фоторегистрация цилиндри; 16-фотоқоз.

МДХ мамлакатларида мавжуд бўлган жихозлар қаторига қўйдагилар киради:

1) СГМ-8 полярграфи билан комплексдаги ТП-1 типидаги термик мослама. У Москвадаги Геология-қидибув аппаратлари ва жихозлари заводида 1959 йилда чиқарилган. Бу жихоз 15 минут давомида 20° дан 1000°C гача ДТА ни олиши мумкин. Қиздириш тезлиги минутига 70°C , модда миқдори 0,05 дан 0,1 г. гача;

2) ТУ-1 типидаги термик қурилма: 20° дан 1400°C гача ДТА ни 15 минут давомида олади. Қиздириш тезлиги $75\text{-}100^{\circ}$ бўлиб, текширилаётган модданинг миқдори 0,02-0,09 г ни ташкил этади.

3) УТА-1 термоогирлик анализи қурилмаси. У бир вақтнинг ўзида иккита эгриликни ёзади: ДТА ва ТГ. Иссиклик оралиғи 20° дан 1000°C гача. Қиздириш тезлиги минутига 15, 30, 45, 60. Текширилаётган намуна миқдори макро- ва микро тарзида бўлиши мумкин. Бу жихоз Ленинграддаги “Геологқидибув” заводида ишлаб чиқарилади;

4) Паст частотали термографик регистратор НТР-62. Россия ФА “Нодир жихозлар конструктив бюроси маркази” томонидан чиқарилган. Жихоз программали - қизиш учун бошқарув пультига эга бўлиб, қиздириш печи ва ўзи ёзувчи қурилмалардан ташкил топган. Хар икки минутда автоматик тарзда вақтни белгилаб борилади ва термограмма қофозининг пастки қисмига туширилади. Автоматик тарзда бошқариш ток бўйича бўлмай, балки температура бўйича олиб борилади. Барабаннинг айланиш тезлиги турлича. Барабани бир марта тўлиқ айланиши 4, 8, 16, 32, 64, 128, 256 минут ва 24 соат давомида этиши мумкин. Ўзи ёзувчи қурилма бир вақтнинг ўзида моддани қиздириш жараёнидаги турт хил хоссаларни ўзгаришини қайд этади.

Тензиметрия, газоволюметрия ва дилатометрия асбоблари.

Тензиметрия. Минерални қиздириш жараёнида таркибда бор бўлган учувчан компонентларининг қайишқоқлигини қайд этишга асосланган.

Тензиметрия приборлари Хюттинг (1920 й.), Краусс ва Шривер (1930 й.), Сиромятников (1940 ва 1957 й.) томонидан яратилган. Бу приборлар газни қиздириш жараёнида унинг босими (P), хажми (V) ни ўзга-ришини ўлчаш имкониятини беради.

Газоволюметрия - аниқ температурада минераллардан H_2O , CO_2 ва бошқа газсімон фазаларни ажралишига асосланған. Л.Г. Берг томонидан 1952 й. ажралаётган газ хажми ўзгаришини ўлчаш газли бюреткада амалға оширилған.

Газоволюметрия температуралари ва ажралиб чиққан газ ҳажмини билиш орқали аралашмадаги минерални дастлабги миқдорини айтиб бериш мум-кин.

Шунинг учун бу усулда күпроқ 50-200 мг, тензemetрия усули бўйича эса 1-2 мг миқдорида модда олинади.

Дилатометрия - жисмнинг кенгайишини ўлчайдиган усул. Бундай усулда текширишни дилатометр приборида амалға оширилади.

Дилатометрия термик анализнинг бир тури бўлиб, бунда қаттиқ ҳолатдаги кимёвий модда, минерал, шиша, хом ашъё ёки саноат чиқиндининг юқори температура таъсирида кенгайиши аниқланған. Бундай кенгайиш чизиқли кенгайиш коэффициенти (α) ва ҳажмий кенгайиш коэффициенти (β) номли параметрлар билан характерланади.

Чизиқли кенгайиш коэффициенти α деб текширилаётган модда темпера-тураси $1^{\circ}C$ га кўтарилигандан намуна ўлмамининг нисбий узайишига айтилади:

$$\alpha = \Delta l/l \cdot \Delta t \text{ ёки } \Delta l = \alpha \cdot l \cdot \Delta t$$

бунда l - текширилаётган модда намунасининг узунлиги;

Δl - температураси Δt $^{\circ}$ га оширилганда намуна узунлигининг ортиши;

Δt - бошланғич (t_1) ва охирги температура (t_2) лар фарқи.

Тахлил учун препарат тайёрлаш усуллари.

Тахлил учун керак бўлган материал миқдори олиб борилаётган текширув турига боғлиқ:

- Минералларни тахлили учун - 30-100 мг;
- Термоаналитик эгрилик олиш учун - 350-500мг модда зарур;
- Ялпи бир турли аниқлашлар учун - 100 мг модда кифоя.

Намуна тайёрлаш усули:

Узоқ муддатли майдалаш орқали намуна кукун холига келтирилади (кукун катталиги 0,0043 мм). Таркибида конституцион H_2O ва осон оксидланувчи элементлар бўлмаслиги керак.

Термография усуллари билан тадқиқотлар ўтказиш чоғида текшири-лаётган модда намунасидан 0,05-0,3 г дан 10-12 г гача олинади. Олинган намуна чинни ёки агат хованчада 1-3 мм ли бўлакчалар холигача майдаланади. Майдаланган материалдан 1-2 г олиб бюксга солинади, устига абсолют спирт қўйилади ва 10-20 соат тинч қўйилади. Кейин материал қоғоз фильтрига тўкиб сувсизлантирилади. Сўнгра материал 4900-10000

тешекли элакларда эланади. Шундан кейин ундан ўртача намуна 0,3-0,5 г миқдорида олинади ва термо-графнинг платина ёки корунддан тайёрган тигелига солинади.

Анализ учун олинадиган намуна миқдори гилсимон минераллар учун 0,3-2 граммга тенг бўлади. Бу холда печдаги қиздириш тезлиги 5-10 град/мин атрофида бўлади. Агар қиздириш тезлиги 50-60 град/мин бўлса, у холда намуна миқдори 0,1 г гача камайиши мумкин. Натижаларнинг аниқ бўлишига текширилаётган модда билан эталоннинг бир хил зичликга эга бўлиши даркор.

Усулнинг имкониятлари, афзаллиги ва камчиликлари.

Усулдан амалий жихатдан фойдаланиш имкониятлари. Уларга қуйидаги-ларни кўрсатиш мумкин:

- 1) Бу усулсиз илмий-тадқиқот иши олиб борувчилар микроскопия, рент-ген каби усуллар билангина ишлаганда ўнлаб, ҳатто юзлаб экспериментлар ўт-казишлари зарур эди. Термография усули қўлланиши билан экспериментлар сони камайди, биргина эксперимент ўтказиш билан керакли эфектлар ва уларнинг чегаралари ҳамда табиати ҳакида аниқ фикр юритиш имкони пайдо бўлди;
- 2) Хом-ашъё материаллари, минераллари, жинсларни минералогик тарки-бини уларнинг термик эгри чизиқларини бошқа этalon термограммаларга тақ-қослаш йўли билан илк бор ахборотга эга бўлиш имконияти яратилди;
- 3) Минерални турини, айниқса бир группага таалуқлисини тахлил қилиш-га имконият беради. Айниқса карбонатлар, сувли бирикмаларда уларнинг пар-чаланиши, сувни учеб чиқиб кетишини систематик аниқлашга муваффақ бў-линди;
- 4) Модданинг теплофизик холати, айниқса кимёвий реакциялар давомида уларнинг иссиқлик ютиши ёки чиқарилиши масалаларини аниқлаш имконияти пайдо бўлди;
- 5) Модданинг термоинерт ёки термоактивлигини аниқлайди. Масалан, корундининг термоинертлиги ва кремнеземнинг термоактивлиги;
- 6) Иссиқлик эфекти содир бўладиган температура оралигини аниқ-лайди. Термографиядан бошқа усул қўлланганда бу масалани ечиш жуда қи-йин кечади, жуда кўплаб тажрибалар ўтказилиши талаб этилади;
- 7) Минерал турини табиатдаги кимёвий ўзгаришини аниқлашга имкон беради;
- 8) Физик-кимёвий жараённи тезлиги ва вақт бўйича унинг характерини аниқлашга хизмат қиласди;
- 9) Жараёнда хосил бўлаётган модда миқдорини аниқ ўлчашга имкон яратади.

Усулнинг афзаллиги. Унинг афзал томонлари кўп. Уларга қуйидагилар киради:

- 1) Усулнинг аморф, майда дисперс ва магматик минералларни ўрганиш учун қўллаш имконияти мавжудлиги;

- 2) Усулнинг объективлиги ва яққол қоғозга термограмма ёки деривато-граммалардан туширилиши;
- 3) Бажариш техникасининг соддалиги, ишлатилган тигелларнинг тозалаб қайта ишлатиш имконияти мавжудлиги;
- 4) Усулни тез бажарилиши. У 15 дан то 45-60 мин гача талаб қиласи. Шу билан бирга кўп анализ – термоэффектлар, оғирликлар ва бошкаларга оид тажрибаларни бир вактда ўтказиш имконияти мавжудлиги;
- 5) Моддани кам микдорда, яъни 0,1 дан 0,5 г гача олиш имконияти мавжудлиги;
- 6) Минерал турини термоаналитик характеристикасини аниқлаш имко-нияти;
- 7) -190° дан то +3000° гача температураларда ДТА эгрилигини олиш имкони.

Усулнинг камчиликлари. Маълум даражада камчиликлар ҳам мавжудлиги:

- 1) Термография орқали маълум бир температурада термоэффект содир бўлганлиги, модданинг микдори ўзгара бошлаганлиги қайд этилади, лекин у нима асосида рўй берганлиги аниқланадилмайди.
- 2) Рентгенография, ИК спектроскопия, микроскопия, кимёвий ва бошқа турдаги анализларни жалб этгандан кейингина хулоса чиқариш мумкин бўлади.
- 3) Термограмма олиш экспериментал шароитга боғлиқлиги (киздириш тезлиги, намуна оғирлиги, дифференциал термопара занжиридаги ўзгарувчанлик, тигелдаги модданинг зичлиги, эталоннинг хоссаси, печнинг атмосфераси, термопара қотишмасининг намуна ва этalonга ўрнатилиши, дисперслик даражаси ва бошқалар).

5-илова

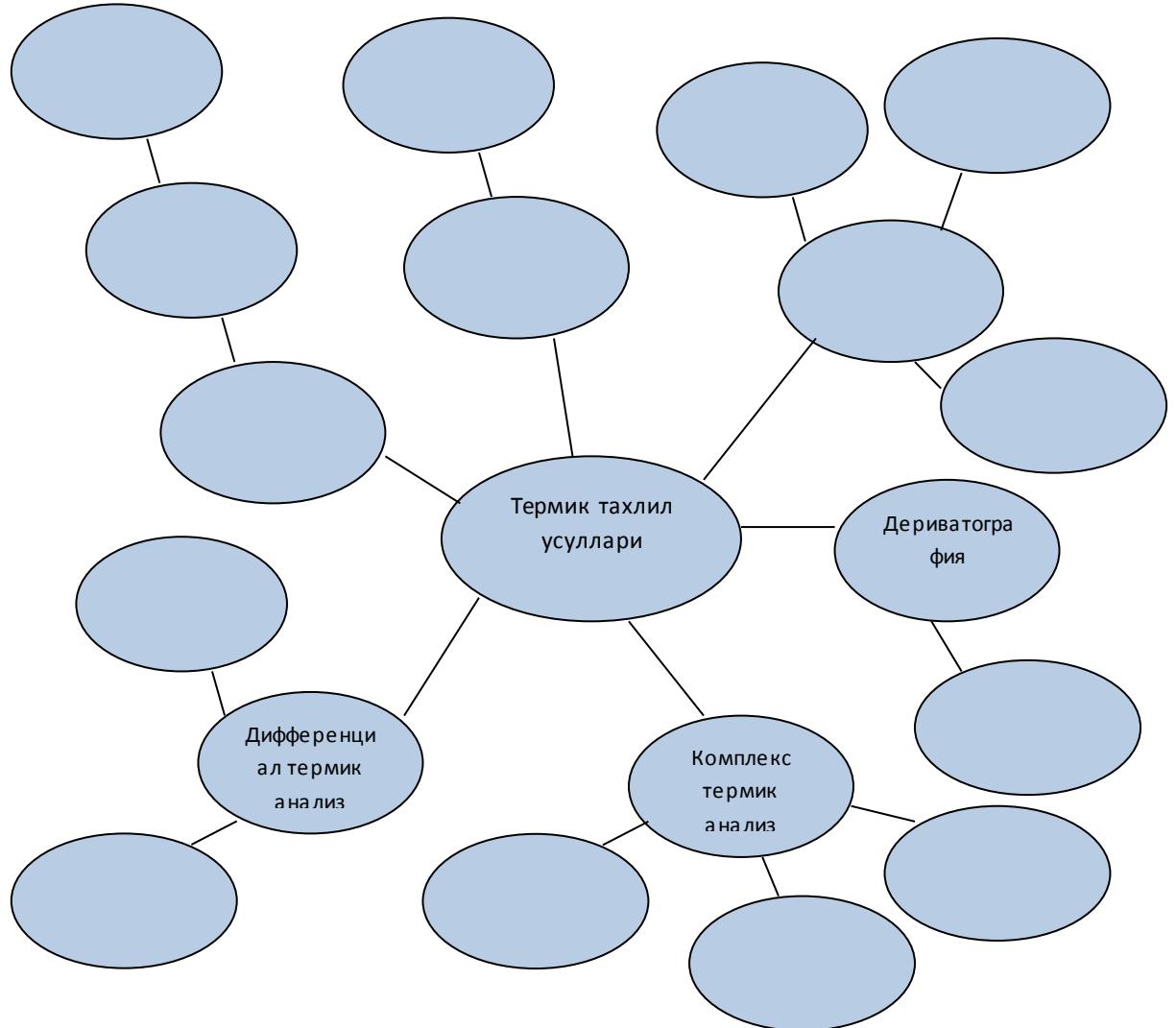
“Дифференциал термик тахлил” ва “Термик тахлил” тушунчаларининг ўхшашлик ва фарқли белгиларини Венна диаграммаси ёрдамида тушунтириб беринг.

Умумий жихатлари



6-илова

“Термик тахлил усуллари” мавзусига “Кластер” диаграммасини тузинг.



7- илова



“Жараён”, “Эндотермик”, “Экзотермик”, “Парчаланиш”, “Иссиқлик”,
“Термограмма”, “ДТА” сўзларига Синквейн тузинг.

1. Жараён
2.
3.
4.
5.

1. Эндотермик жараён
2.
3.
4.
5.

Мавзуга оид таянч сўз ва иборалар.

Термография - ноорганик моддалар, силикат ва қийин эрийдиган нометалл материалларни қиздириш жараёнида содир бўладиган жараёнларни ўргатади. Улар одатда иссиқлик эфектлари билан боғлиқ.

Термография усулининг турлари - Термик анализ; Дифференциал термик анализ (ДТА); Комплекс термик анализ; Дериватография; Тензиметрия; Газоволюметрия; Дилатометрия.

Термографик эгри чизиқлар - биринчи марта қиздириш эгриликлари француз олими Ле-Шателье томонидан 1887 йилда олинган, у температурани платина - платина-родийли термопараларда ўлчаш орқали термографик эгри чизиқларни хосил қилиш мумкинлигини кўрсатди. Агар текширилаётган модда қиздирилганда бирорта фазовий ўзгариш ёки кимёвий реакция содир бўлса, қиздириш режими бузилади. Унинг бузилиши қиздириш эгрикларида ёки майдонда пайдо бўлиш бирга боради.

Термография деганда текширилаётган модданинг ихтиёрий нуктасидаги хароратни (ёки хароратдаги бирор функцияни) аниқ программа бўйича моддани узлусиз равишда қиздирилганда ёки совитилгандаги холатини қайд этиш тушунилади.

Қайтар жараёнлар - эриш-кристалланиш, қайнаш-конденсация, полиморф ўзгаришлар, мураккаб бирикмаларнинг хосил бўлиши ва парчаланиши, диссоциация.

Қайтмас жараёнлар - кам барқорор холатдан юқори барқарор холатга ўтиш реакциялари, каттиқ эритмаларнинг парчаланиши, аморф холатдан кристалл холатга ўтиш, ўзаро таъсир реакциялари, монотроп ўзгариш ва бошқалар.

Системада иссиқлик ўзгариши - ҳамма жараёнлар иссиқликни ютилиши ёки ажралиши билан боради, буни хароратни ўлчаш йўли билан ўрганиш мумкин. Жараённи боришини ўлчовчи приборлар ёрдамида қайд этилади. Тажриба натижаларини эгри чизиқлар орқали ифодалаш мумкин, бунда вақт ва хароратни боғлиқлиги ифодаланади. Агар текширилаётган моддада бирорта фазовий ўзгариш ёки кимёвий реакция содир бўлса, қиздириш режими бузилади. Унинг бузилиши қиздириш эгрикларида ёки майдонда пайдо бўлиш бирга боради.

Термик анализ (ТА) → энталпия → калориметрлар; дифференциал термик анализ (ДТА) → намуна ва этalon ўртасидаги температуralар фарқи → ДТА аппаратлари; термогравиметрик анализ → масса → термоторозлар; дифференциал ўналувчан калориметрик анализ → намунага ўтказилган иссиқлик → дифференциал калориметр; солишишима иссиқлик сигими ўзгариши анализи ва бошқалар.

Термик тахлил - системанинг бирорта кўрсатгичининг катталиги мавжуд фазаларни аста-секин микдорий нисбатда ўзгаришида бирор фазанинг йўқолиб кетиши ёки янги фазанинг сакраб ўзгаришида пайдо бўлади. Бу эгрилигини термик усули орқали олинади. Бунда координата ўқларида модда температураси ва унга жавобан температура ва обциssa ўқларида вақт қайд этилади.

Дифференциал термик тахлил (ДТА) - еўпгина холларда реакцияларнинг термик эфекти жуда кичик, шунинг учун унга мос эгриликлар кам сезиларли. Бундай холларда термопаранинг сезувчанлигини дифференциал схема қўллаш билан катталаширилади. Берилган ушбу холатда дифференциал термопара бир вақтнинг ўзида иккита температурани ўлчайди: 1) текширилаётган модданинг температураси; 2) температура фарқи ёки қиздирилаётган модданинг текширилаётган температура интервалида этalon моддага нисбатан ўзгариши.

Физик термоэффект берувчиларга киради: абсорбция, адсорбция, полиморф ўзгариш, кристаллар йириклиниши, десорбция, эриш, аморф ҳолатидан кристалл ҳолатига ўтиш, сублимация ва бўғланиш.

Кимёвий термоэффект берувчи жараёнлар сафига химосорбция, бўлиниши реакциялари, дегидратация, газли мухитда оксидланиш, молекулалар камайиши билан рўй берадиган оксидланиш реакциялари, оксидланиш – қайтарилиш реакциялари, газли мухитда қайтарилиш, каттиқ фазада рўй берувчан реакциялар, бириктириш ва ўринолмошиш реакциялари, изомеризация ва бошқалар киради.

Комплекс термик анализ - усул Г.Н. Воронков (1953 й.) ва Э.К. Келер (1955 й.) томонидан керамик хом-ашъёларни текшириш учун ишлаб чиқилган. Унда Келер бўйича қўйидагилар бор: 1) одатдаги ДТА; 2) қиздириш жараёнида материални узайиши ёки қисқаришини аниқлаш; 3) қиздиришда материал оғирлигини ўқолишини аниқлаш.

Дериваторграф - чет элда чиқариладиган, МДҲ мамлакатларида қўлланиладиган жихозга дериваторграф номи билан аталувчи ва Будапештнинг “Метримпэкс” фирмасининг 1966 йилда Паулик Ф. ва бошқалар томонидан чиқарган модели жихоз бўлиб, унинг маркаси ОД-102 дир. Дериваторграф текширилаётган кукунда бир вақтнинг ўзида оғирликни ўзгариши (ТГ), оғирликни ўзгариш тезлиги (ДТГ), температуралар фарқини ўзгариши (ДТА) ва температурани ўзгариши (Т) ни аниқлашга имкон беради. Комплекс термоаналитик жихоз дифференциал термоаналитик аппаратлар, термотарози ва дифференциал термотарозидан иборат.

Тензиметрия. Минерални қиздириш жараёнида таркибда бор бўлган учувчан компонентларининг қайишқоқлигини қайд этишга асосланган. Тензиметрия приборлари Хютting (1920 й.), Краусс ва Шривер (1930 й.), Сиромятников (1940 ва 1957 й.) томонидан яратилган. Бу приборлар газни қиздириш жараёнида унинг босими (Р), ҳажми (V) ни ўзга-ришини ўлчаш имкониятини беради.

Газоволюметрия - аниқ температурада минераллардан H_2O , CO_2 ва бошқа газсимон фазаларни ажralишига асосланган. Газоволюметрия температуралари ва ажralиб чиқсан газ ҳажмини билиш орқали аралашмадаги минерални дастлабги миқдорини айтиб бериш мумкин. Шунинг учун бу усулда кўпроқ 50-200 мг, тензиметрия усули бўйича эса 1-2 мг миқдорида модда олинади.

Дилатометрия - жисмнинг кенгайишини ўлчайдиган усул. Бундай усулда текширишини дилатометр приборида амалга оширилади. Дилатометрия термик анализнинг бир тури бўлиб, бунда каттиқ ҳолатдаги кимёвий модда, минерал, шиша, хом ашъё ёки саноат чиқиндисининг юқори температура таъсирида кенгайиши аниқланган. Бундай кенгайиш чизиқли кенгайиш коэффициенти (α) ва ҳажмий кенгайиш коэффициенти (β) номли параметрлар билан характерланади.

Мавзу бўйича назорат саволлар.

1. Термография усулининг назарий асослари ким томонидан ишланган?
2. Термография усулига оид термик анализ усулларини санаб беринг.
3. Термик анализ деб қандай тахлил турига айтилади?
4. Доломит минералининг термик тахлилига оид вақт-температура диаграммасини чизинг ва ундаги эгри чизиқлар ҳолатини тушунтиринг.
5. Моддаларда содир бўлаётган қандай жараёнлар комплекс термик анализ орқали аниқланади?

6. Моддаларни қиздириш жараёнида дериватографик анализ орқали қандай параметрлар аниqlанади.
7. Эндотермик эффект қандай рўй беради?
8. Моддаларда экзоэффект қандай рўй беради?
9. Термография усулларининг қандай амалий имкониятлари мавжуд?

ФОЙДАЛАНИЛГАН АДАБИЁТЛАР РЎЙХАТИ

1. Исламов А.А. Силикат ва зўргасуолувчан материаллар физик - кимёвий таҳлилинг замонавий усуллари. – Тошкент: Фан ва технология, 2006. -268 б.
2. Азимов Ш.Ю., Тожиев Ф.Х. Анорганик моддаларнинг физика - химиявий анализи. -Тошкент: Ўқитувчи, 1977.-132 б.
3. Таблица физических величин. Справочник / Под. ред. И.К.Кикоина.- М.: Атомиздат, 1976.-106 с.
4. Егунов В.П. Введение в термический анализ.- Самара, Самара ГУ, 1996. -270 с.
5. Берг Л.Г. Введение в термографию. -М.: АН СССР, 1961

ГЛОССАРИЙ

Физик-кимёвий тахлил бу - тайёр маҳсулот олиш учун ишлаб чиқариш жараёнларида кўлланиладиган усул ва методлар мажмuinи тўла таъминловчи ва шу билан бирга технологик жараёнларнинг турли босқичларидаги назоратни ҳам ўз ичига олган кимёвий, физик-кимёвий ва физиковий усуллар йиғиндиси.

Фотокалориметрик усул - компонентларни аниқловчи фотокалориметрик усул эритмадан ўтадиган интенсив нурни камайиши даражасини моддадаги бўялган комплекс кўринишида аниқлашга асосланган.

Оптика усуллари. Бу группага умумий номи кристаллооптика деб аталувчи иммерсион тахлил, металлографик тахлил, монокристаллар тахлили кирган бўлиб, улар маҳсус оптика асбоблари - поляризацион ва металлографик микроскоплар орқали олиб борилади.

Кимёвий ишлаб чиқариш маҳсулотларини физик-кимёвий тахлилиниг асосий усуллари - микроскопия; электрон микроскопия; рентгенография; термография; ИК спектроскопия; ядро магнит резонанси (ЯМР); электрон парамагнит резонанси (ЭПР); электронография; хромотография; магнетохимия; изотропия; кимёвий анализ; спектрал анализ; бошқа усуллар.

Микроскопик усул - илмий-текшириш ишлари олиб боришда микроскопни кўллаш ва микроскопик препаратлар ёрдамида жуда кичик, майда, фақат микроскоп билангина кўринадиган заарачаларнинг специфик хосса-хусусиятларини аниқлашга қаратилган усулдир. У аниқ кимёвий методлардан фойдаланиб, жуда оз миқдордаги моддаларни анализ қилиш имконини беради.

Микроскоп - майда объектларни кўрсатувчи асбоб.

Кристаллооптика усули - табиий ва сунъий кимёвий бирикмалар, хом-ашъё, материал ва буюмлар, минерал ва композицияларнинг оптик кўрсатгичларини уларнинг кристалл шакллари, таркиби ва симметрия қонуниятиларига боғлик холда ўрганувчи фан.

Катталаштирувчи мосламалар – микроскопларда объектив ва окуляр орқали бажарилади. Катталаштириш даражаси - 17,5 X дан то 1350 X гача.

Нур поляризацияси – бир текис поляризацияланган нурларни хосил қилувчи ва микроскопик столчаси остатаги поляризатор орқали бажарилади.

Нур синдириш кўрсаткичи (п ёки N)- Снеллиус ва Ньютон текширишлари бўйича нур тушиш бурчаги синусининг нур синиш бурчаги синуси нисбатига айтилади. У биринчи мухитдаги ёруғлик тезлигининг иккинчи мухитдаги ёруғлик тезлиги нисбатига тенг.

Симметрия элементлари - симметрия ўқлари, симметрия текислиги, симметрия маркази ёки инверсия.

Габитус – кристалларни ташки кўриниши бир-биридан тузилишига кўра фарқланади.

Рентген нурлари - $0,01 \div 0,00001$ мк ёки $10^2 \div 10^{-1}$ А тўлқин узунлигига эга бўлиб, улар ёруғлик нурлари каби электромагнит табиатга эга. Улар ижобий ядро ва салбий электронлардан ташкил топган атомга доимий осциллировкаланувчи кучи каби таъсир этади. Электрон ва ядро бир яқинлашади, бир узоқлашади. Натижада атомнинг ўзи тушаётган рентген нури тўлқин узунлигига нурланади. Рентген нурлари квант нурлари категорига киради, таъсири гамма нурлари кабидир. Бу нурларнинг хиди йўқ. Улар рангиз бўлиб, буюмлар ичига кириши, сингиш, тарқалиш, ёритиш, фотокимёвий ион хосил қилиш, биологик таъсир кўрсатиш каби хосса - хусусиятларга эга.

“Қаттиқ” рентген нурлари - тўлқин узунлиги кичик нурлар - $0,6 \div 0,06$ А°, моддаларнинг ичига онсонроқ ва қўпроқ киради.

“Юмшок” рентген нурлари - тўлқин узунлиги узун нурлар- $6 \div 60$ А°.

Рентгенографик тахлил – рентген нурлари ва уларни металл, металл қотишмалари, кимёвий бирикма, минерал ва турли хом ашёларни тадқиқот қилиш фани. У юқорида санаб ўтилган моддаларнинг атом, суб-, микро- ва макроструктуралари хамда кимёвий

таркибини аник билишга хизмат қиласы. Кимёвий модда ёки минерал атом даражасидаги тузилишини текширилаётгандан кристалл панжараларининг тури ва параметрларини аниқлаш имконини беради.

Вульф-Брэгг формуласи - турли бирикмаларни кристал панжара юзаси орасидаги масофани Вульф-Брэгг формуласи ёрдамида ҳисобланади. Бунда модданинг ҳамма атомлари кристалл юза бўйлаб бир-биридан паралелл ва тенг узоклиқда жойлашганлигини намоён қиласы.

Кукун усули - фотопленкали цилиндрик касетага махсус эгри чизиқлар ҳолида қайд этилади. Ионизациян рентгенограмма ҳолида олиниши ҳам мум-кин. Бу холда фотопленка ролини дифрактометрдаги счетчик тешиги бажара-ди. Дифракцион шакл секин – аста, счетчик айланишида пайдо бўлувчи ва кетма-кет келувчи чизиқлар ҳолида олинади.

Рентгенодефектоскопия - газли ғоваклик, дарз кетиш каби ҳолатлар қайд этилади.

Дифрактограмма - нур қайтариш бурчаги қиймати ва уларнинг интенсивлигини тўғридан-тўғри беради. Кукун рентгенограммаларида нур қайтаришга боғлиқ бўлган, нур қайтариш бурчаги кўрсатгичидан юзалар аро масофа кўрсатгичига ўтишда, юзалароро масофа турли тўлқин узунликлари бўйича ҳисобланган ва справочникларга йиғилган нурланишни жадвалларидан фойдаланиш орқали бўлади.

Термография - ноорганик моддалар, силикат ва қийин эрийдиган нометалл материалларни қиздириш жараёнида содир бўладиган жараёнларни ўргатади. Улар одатда иссиқлик эфектлари билан боғлиқ.

Термография усулининг турлари - Термик анализ; Дифференциал термик анализ (ДТА); Комплекс термик анализ; Дериватография; Тензиметрия; Газоволюметрия; Дилатометрия.

Термографик эгри чизиқлар - биринчи марта қиздириш эгриларни француз олимни Ле-Шателье томонидан 1887 йилда олинган, у температурани платина - платина-родийли термопараларда ўлчаш орқали термографик эгри чизиқларни ҳосил қилиш мумкинлигини кўрсатди. Агар текширилаётган модда қиздирилганда бирорта фазовий ўзгариш ёки кимёвий реакция содир бўлса, қиздириш режими бузилади. Унинг бузилиши қиздириш эгриларида ёки майдонда пайдо бўлиш бирга боради.

Термография деганда текширилаётган модданинг ихтиёрий нуқтасидаги хароратни (ёки хароратдаги бирор функцияни) аник программа бўйича моддани узлуксиз равища қиздирилганда ёки совитилгандаги ҳолатини қайд этиш тушунилади.

Қайтар жараёнлар - эриш-кристалланиш, қайнаш-конденсация, полиморф ўзгаришлар, мураккаб бирикмаларнинг ҳосил бўлиши ва парчаланиши, диссоциация.

Қайтмас жараёнлар - кам барқорор ҳолатдан юкори барқарор ҳолатга ўтиш реакциялари, каттиқ эритмаларнинг парчаланиши, аморф ҳолатдан кристалл ҳолатга ўтиш, ўзаро таъсир реакциялари, монотроп ўзгариш ва бошқалар.

ФОЙДАЛАНИЛГАН АДАБИЁТЛАР

1. Исматов А.А. Силикат ва зўрғасуюлувчан материаллар физик - кимёвий таҳлилиниг замонавий усуллари. – Тошкент: Фан ва технология, 2006. -268 б.
2. Вегман Е.Ф., Руфанов Ю.Г., Федорченко И.Н. Кристаллография, минералогия, петрография и рентгенография. – М.: Металлургия, 1990.– 262 с.
3. Минералогическая энциклопедия. – Л.: Недра, 1985.-512с.
4. Минералогический справочник технолога – обогатителя. –Л.: Недра, 1985.-264с.
5. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. – М.: Металлургия, 1982.-632с.
6. Азимов Ш.Ю., Тожиев Ф.Х. Анерганик моддаларнинг физика - химиявий анализи. - Тошкент: Ўқитувчи, 1977.-132 б.

7. Таблица физических величин. Справочник / Под. ред. И.К.Кикоина.- М.: Атомиздат, 1976.-106 с.
8. Козлова О.Г. Морфологический анализ кристаллов. – М.: МГУ, 1991. – 223 с.
9. Винчелл А.Н., Винчелл Г. Оптические свойства искусственных минералов. – М.: Мир, 1967.-526 с.
10. Ҳамробоев И.Х, Ражабов Ф.Ш. Петрография асослари. -Тошкент: Ўқитувчи, 1984.-184 б.
11. Плюснина И. И. Инфракрасные спектры силикатов. - М.: МГУ, 12. 1967.-189с.
13. Лазарев А.Н. Колебательные спектры и строение силикатов. –Л.:Наука,1968.-347 с.
14. Плюснина И. И. Инфракрасные спектры минералов. - М.: МГУ, 15. 1977.-174с.
16. Зинюк Р.Ю., Балыков А.Г., Гавриленко И.В. ИК спектроскопия в неорганической технологии. –Л.: Химия, 1983.
17. Егунов В.П. Введение в термический анализ.- Самара, Самара ГУ, 1996. -270 с.
18. Берг Л.Г. Введение в термографию. -М.: АН СССР, 1961
19. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. – М.: Физматгиз, 1961.-863 с.
20. Михеев В.И., Сальдау Э.П. Рентгенофотографический определитель минералов [Т.II]. – Л.: Недра, 1965.-364с.
21. Васильев Е.К., Кащаева Г.М., Ушаповская З.Ф. Рентгенографический определитель минералов. –М.: Наука, 1974.
22. Ковба Л.М., Трунов В.К. Рентгенофазовый анализ. –М.: МГУ, 1976.
23. Славин В. Атомно-абсорбционная спектрометрия.- М.: Химия, 1971.
24. Горшков В.С., Тимашев В.В., Савельев В.Г. Методы физико-химического анализа вязких веществ. Москва: Высшая школа, 1981.- 281 с.
25. Authier - Volume D. Physical properties of crystals / Отье А. - Том. D. Физические свойства кристаллов - 2003 г. (Kluwer Academic Publishers, 1е издание, 527 с., ISBN 1-4020-0714-0
26. Sydney Hall, Brian McMahon - Volume G. Definition and exchange of crystallographic data / Сидни Холл, Брайан МакМэхон - Том G. Определение и обмен кристаллографическими данными - 2005 г. (Springer, 1е издание, 598 с., ISBN 0-4020-3138-6).
27. Hammond C. The Basics of Crystallography and Diffraction Oxford university press, 2009, 3ed edition.
28. Pecharsky V.K., Zavalij P.Y. Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of MaterialsSpringler. 2005. 713 p.
29. Hahn Th. (ed.) International tables for crystallography. Vol. A. Space-group symmetry 5th rev. ed. – Springer, 2005. – 911 p.
30. www.texhology.ru
31. <http://www.iconstel.net>
32. www.google.com
33. www.ecolife.com
34. www.Ximik.ru - Химическая энциклопедия